

⑤① Int. Cl. 3 = Int. Cl. 2

Int. Cl. 2:

C 07 C 109/087

①⑨ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**



C 07 D 227/08 C 07 C 109/04
C 07 C 109/14 C 07 C 149/14
C 07 C 109/02 C 07 C 109/093
C 07 C 109/10 C 07 C 143/825
C 07 C 133/02 C 07 C 159/00
C 07 C 109/16 A 01 N 9/20

Behörden Eigentum

A24

DE 29 44 783 A 1

①①

Offenlegungsschrift **29 44 783**

②①

Aktenzeichen:

P 29 44 783.4

②②

Anmeldetag:

6. 11. 79

②③

Offenlegungstag:

22. 5. 80

②④

Unionspriorität:

②② ②③ ②④

8. 11. 78 Japan P 136769-78

⑤④

Bezeichnung:

Diphenylätherderivate und Herbizide

⑦①

Anmelder:

Mitsui Toatsu Chemicals, Inc., Tokio

⑦④

Vertreter:

Zumstein sen., F., Dr.; Assmann, E., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;
Koenigsberger, R., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Holzbauer, R., Dipl.-Phys.;
Zumstein jun., F., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Klingseisen, F., Dipl.-Ing.;
Pat.-Anwälte, 8000 München

⑦⑦

Erfinder:

Yoshimoto, Takeo; Hosono, Akira; Miki, Joh; Oda, Kengo;
Ura, Masaaki; Yokohama; Sato, Naoki, Kamakura; Toyama, Teruhiko;
Tachibana, Hajime; Chigasaki; Enomoto, Yuji, Yokohama;
Funakoshi, Yasunobu, Chigasaki; Fujita, Takashi, Yokohama;
Hojo, Yoshikata, Chigasaki; Kanagawa (Japan)

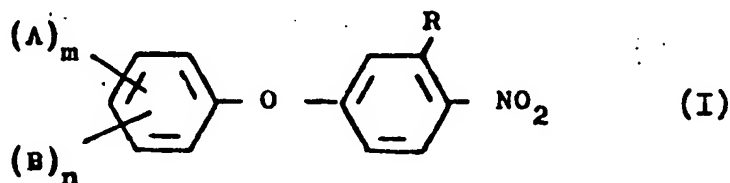
DE 29 44 783 A 1

Case F-752

P a t e n t a n s p r ü c h e

1.

Diphenylätherverbindungen der allgemeinen Formel I

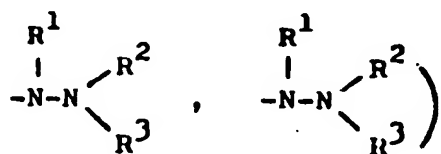


worin

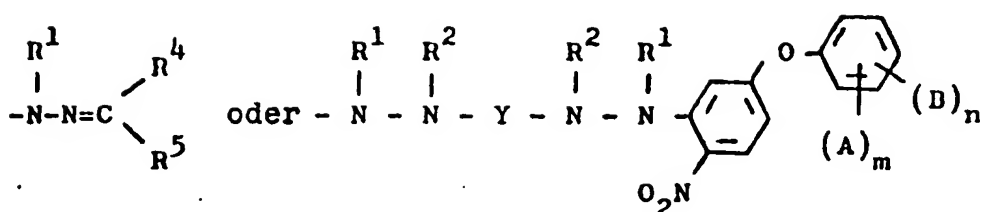
(1) A und B je für ein Halogenatom, eine niedrige Alkylgruppe oder eine halogensubstituierte niedrige Alkylgruppe stehen;

(2) m und n je für eine ganze Zahl von 0 ~ 3 stehen und $m + n = 0 \sim 3$ sind; und

(3) R für



(diese Gruppe ist eine Gruppe mit einer cyclischen Gruppe, die ein Stickstoffatom darin enthält)



(im Falle dieser Gruppe stellt die allgemeine Formel I zwei Moleküle dar, die durch Y gebunden sind) steht, worin

(a) R^1 ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine Alkinylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine substituierte Phenylgruppe, eine Alkoxy-carbonylgruppe, eine unsubstituierte Phenoxy-carbonylgruppe, eine substituierte Phenoxy-carbonylgruppe, eine Alkyl-carbamoylgruppe, eine Alkyl-(thiocarbamoyl)-gruppe, eine unsubstituierte Benzoylgruppe, eine substituierte Benzoylgruppe, eine unsubstituierte Acylgruppe oder eine halogensubstituierte Acylgruppe bedeutet;

(b) R^2 und R^3 je ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine Cycloalkylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine O,O-Dialkylthiophosphorylgruppe oder eine Gruppe der folgenden Formeln

R^6 $\text{CH}-\text{COOR}^7$, $\text{O} \text{C}-\text{R}^8$, SO_2R^9 und $\text{X} \text{C}-\text{NH}-\text{R}^{10}$ bedeuten, worin

(i) R^6 und R^7 je ein Wasserstoffatom oder eine niedrige Alkylgruppe bedeuten;

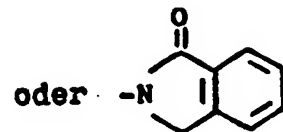
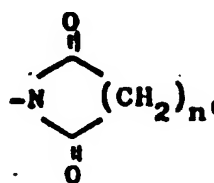
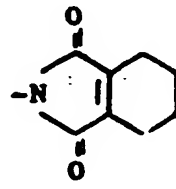
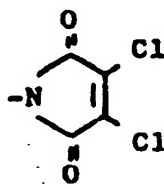
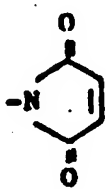
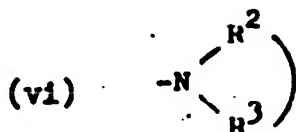
(ii) R^8 ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine substituierte Phenylgruppe, eine Benzylgruppe, eine halogensubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine substituierte Phenoxygruppe, eine substituierte niedrige Alkylgruppe, eine unsubstituierte Phenoxygruppe, eine substituierte niedrige Alkylgruppe, eine niedrig-alkoxysubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine carboxysubstituierte Alkylgruppe, eine niedrige Alkoxy-carbonylgruppe, eine alkoxy-carbonylsubstituierte Alkylgruppe, eine carboxysubstituierte niedrige Al-

kenylgruppe, eine alkoxy-carbonylsubstituierte niedrige Alkenylgruppe, eine Acetylgruppe, eine Alkylthiogruppe, eine Phenoxygruppe oder eine niedrige Alkoxygruppe bedeutet;

(iii) R^9 bedeutet eine niedrige Alkylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine substituierte Phenylgruppe oder eine Alkylaminogruppe;

(iv) X bedeutet ein Sauerstoffatom oder ein Schwefelatom;

(v) R^{10} bedeutet ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine Cycloalkylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe oder eine substituierte Phenylgruppe; und



bedeutet

wobei n' eine ganze Zahl von 2 ~ 5 bedeutet;

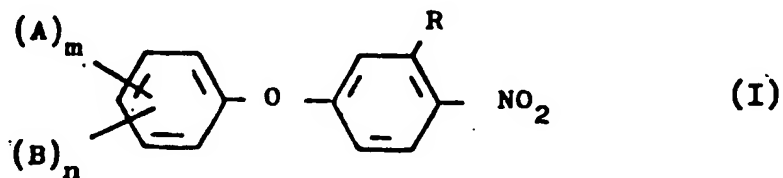
(c) R^4 und R^5 je ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine Styrylgruppe, eine niedrige Alkoxygruppe, eine halogensubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine hydroxysubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine cyanosubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine carboxysubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine niedrig-alkoxy-carbonylsubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine niedrige Alkyl-

thiogruppe, eine Furylgruppe bedeuten oder worin R^4 und R^5 zusammen eine Alkylengruppe bilden; und

(d) Y für $-\overset{\overset{\text{O}}{\parallel}}{\text{C}}-$, $-\overset{\overset{\text{O}}{\parallel}}{\text{C}}-\overset{\overset{\text{O}}{\parallel}}{\text{C}}-$ oder $-\overset{\overset{\text{O}}{\parallel}}{\text{C}}-(\text{CH}_2)_n-\overset{\overset{\text{O}}{\parallel}}{\text{C}}-$ steht,

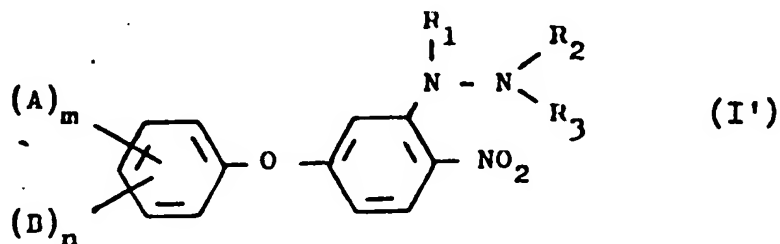
wobei n eine ganze Zahl von 1 \sim 4 bedeutet.

2. Herbizide, dadurch gekennzeichnet, daß sie als aktiven Bestandteil mindestens eine Diphenylätherverbindung enthalten, die durch die allgemeine Formel I

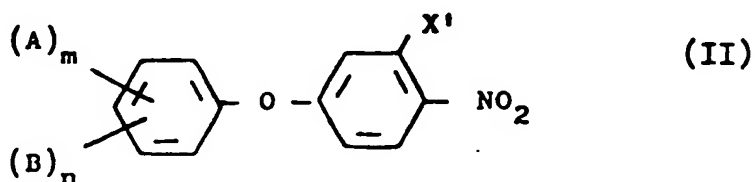


dargestellt wird, worin A, B, m, n und R die in Formel I von Anspruch 1 gegebenen Definitionen besitzen.

3. Verfahren zur Herstellung einer Diphenylätherverbindung der allgemeinen Formel I'



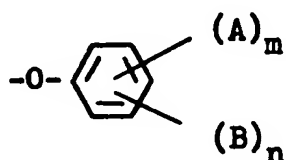
worin A, B, m und n die oben gegebenen Definitionen besitzen und R_1 , R_2 und R_3 je ein Wasserstoffatom oder eine niedrig- Alkylgruppe bedeuten, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Verbindung der allgemeinen Formel II



mit einem Alkylhydrazin der allgemeinen Formel III

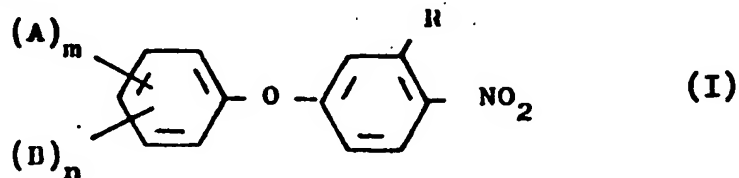


worin X' für ein Halogenatom, eine Nitrogruppe oder eine Phenoxygruppe, die durch die allgemeine Formel

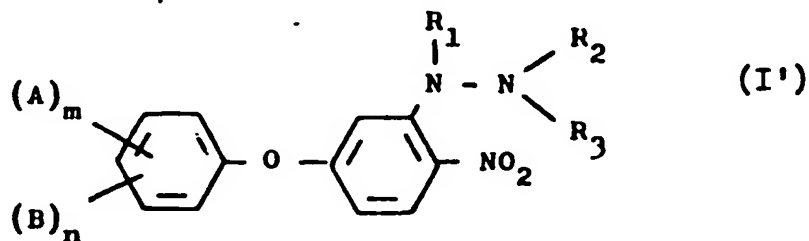


wird, steht, worin A, B, m, n, R₁, R₂ und R₃ die oben gegebenen Definitionen besitzen.

4. Verfahren zur Herstellung von Diphenylätherverbindungen der allgemeinen Formel I



worin A, B, m, n und R die oben gegebenen Definitionen besitzen,
dadurch gekennzeichnet, daß man Diphenylätherverbindungen der allgemeinen Formel I'



worin A, B, m, n, R₁, R₂ und R₃ die oben gegebenen Definitionen besitzen, in an sich bekannter Weise umgesetzt.

MITSUI TOATSU CHEMICALS, INC.
Tokio/Japan

Diphenylätherderivate und Herbizide

B e s c h r e i b u n g

Die Erfindung betrifft neue Diphenylätherhydrazinderivate, insbesondere 2-Nitro-5-(kernsubst.-phenoxy)-phenylhydrazinderivate. Sie sind nützliche selektive Herbizide mit hoher herbizider Aktivität und Restwirksamkeit.

Die Erfindung betrifft neue Diphenylätherverbindungen und neue Herbizide, die mindestens eine der Verbindungen als aktiven Bestandteil enthalten.

Eine Reihe von Diphenylätherverbindungen wurde in der Vergangenheit auf ihre praktische Verwendung als Herbizide untersucht. Diese Verbindungen sind jedoch in vielen Fällen in der herbiziden Aktivität, der Entwicklungsart, der Selektivität, der Dauer der Wirkung usw. unterschiedlich, abhängig von geringen Unterschieden in der chemischen Struktur, wie der Art, der Zahl und der Stellung ihrer Substituenten, und es ist sehr schwierig, die herbizide Aktivität der Verbindungen aus der Ähnlichkeit der chemischen Strukturen der Verbindungen vorherzusagen.

Wie z.B. in der US-PS 3 316 080 und der JA-AS 9898/1963 beschrieben, ist es gut bekannt, daß einige der Diphenylätherverbindungen überlegene herbizide Aktivitäten aufweisen. Beispielsweise wurden 2,4,6-Trichlor-4'-nitrodiphenyläther und 2,4-Dichlor-3'-methoxy-4'-nitrodiphenyläther vielfach als Herbizide für die Anfangszeit auf dem Feld, wo der Reis noch auf dem Halm ist, verwendet.

030021/0752

Da diese Verbindungen jedoch eine ungenügende Restwirksamkeit zeigen und da es schwierig ist, die Unkräuter vollständig zu kontrollieren, wenn ihre Wirkungszeit vorüber ist, besteht ein Bedarf nach Herbiziden für Felder, auf denen die Früchte noch an den Halmen sind, insbesondere Reisfelder, mit erhöhter herbizider Aktivität und einer sicheren Selektivität als sie die oben erwähnten, bekannten Diphenylätherverbindungen aufweisen. Die Verbindungen sollen weiterhin eine herbizide Aktivität besitzen, mit denen die winterharten bzw. perennierenden Unkräuter von Feldern mit Nutzpflanzen auf den Halmen, die schwer zu kontrollieren sind, kontrolliert werden können.

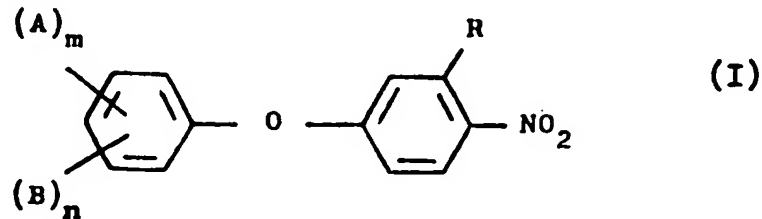
Andererseits wurde 2,4-Dichlor-4'-nitrodiphenyläther vielfach als Herbizid für Nutzpflanzen auf trockenen Feldern verwendet, und es sind außerdem bestimmte Diphenylätherverbindungen bekannt mit herbizider Aktivität. Diese Verbindungen sind jedoch in ihrer Wirksamkeit gegenüber breitblättrigen Unkräutern ungenügend, und es besteht daher ein Bedarf für die Entwicklung von Herbiziden für trockene Felder mit Nutzpflanzen, die eine höhere herbizide Aktivität und eine sichere Selektivität als die bekannten Diphenylätherverbindungen besitzen.

Der vorliegenden Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, neue Diphenylätherderivate zur Verfügung zu stellen, die eine überlegene herbizide Aktivität aufweisen.

Erfindungsgemäß sollen neue Herbizide mit höherer Selektivität und Restwirksamkeit zur Verfügung gestellt werden, mit denen winterharte Unkräuter, die schwierig zu kontrollieren sind, kontrolliert werden können.

Gegenstand der Erfindung sind neue Diphenylätherverbindungen, die durch die folgende allgemeine Formel I dargestellt wer-

den, und Herbizide, die mindestens eine dieser Verbindungen als aktiven Bestandteil enthalten

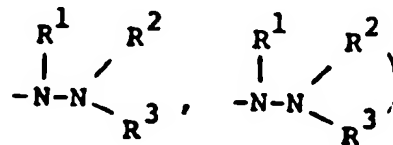


worin

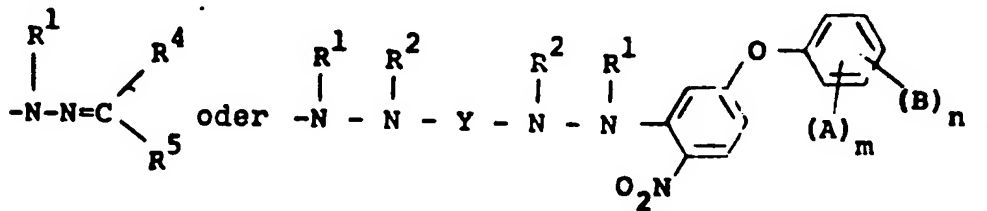
(1) A und B je ein Halogenatom, eine niedrige Alkylgruppe oder eine halogensubstituierte niedrige Alkylgruppe bedeuten;

(2) m und n je eine ganze Zahl von 0 ~ 3 bedeuten und m + n = 0 ~ 3 sind; und

(3) R für



(diese Gruppe ist eine Gruppe mit einer cyclischen Gruppe, die ein Stickstoffatom darin enthält)



(im Falle dieser Gruppe stellt die allgemeine Formel I zwei Moleküle dar, die durch Y gebunden sind) steht, worin

(a) R¹ ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe, bevorzugt eine niedrige Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine Alkynylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine substituierte Phenylgruppe, vorzugsweise eine halogensubstituierte Phenylgruppe, eine Alkoxycarbonylgruppe, vorzugsweise eine niedrige Alkoxycarbonylgruppe,

eine unsubstituierte Phenoxycarbonylgruppe, eine substituierte Phenoxycarbonylgruppe, bevorzugt eine halogensubstituierte Phenoxycarbonylgruppe, eine Alkylcarbamoylegruppe, bevorzugt eine niedrige Alkylcarbamoylegruppe, eine Alkyl-(thiocarbamoyle)-gruppe, eine unsubstituierte Benzoylgruppe, eine substituierte Benzoylgruppe, vorzugsweise eine halogensubstituierte Benzoylgruppe, eine unsubstituierte Acylgruppe oder eine halogensubstituierte Acylgruppe bedeutet;

(b) R^2 und R^3 je ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe, bevorzugt eine niedrige Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine Cycloalkylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine O,O-Dialkylthiophosphorylgruppe,

$\overset{R^6}{\underset{|}{CH}}-COOR^7$, $\overset{O}{\underset{||}{C}}-R^8$, $-SO_2R^9$ oder $\overset{X}{\underset{||}{C}}-NH-R^{10}$ bedeuten, worin

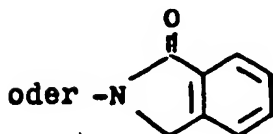
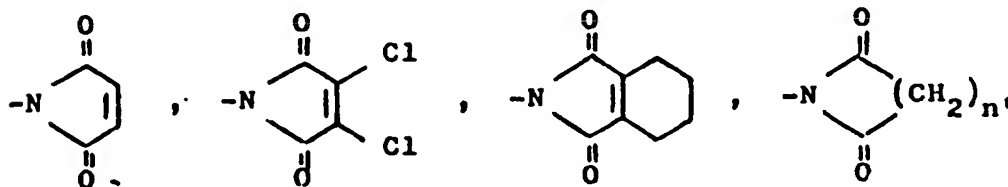
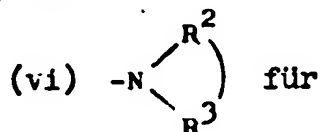
(i) R^6 und R^7 je ein Wasserstoffatom oder eine niedrige Alkylgruppe bedeuten;

(ii) R^8 ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe, bevorzugt eine niedrige Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine substituierte Phenylgruppe, bevorzugt eine halogensubstituierte Phenylgruppe, eine Benzylgruppe, eine halogensubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine substituierte Phenoxygruppe, eine substituierte niedrige Alkylgruppe, eine unsubstituierte Phenoxygruppe, eine substituierte niedrige Alkylgruppe, eine niedrig-alkoxysubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine carboxysubstituierte Alkylgruppe, bevorzugt eine carboxysubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine niedrige Alkoxy-carbonylgruppe, eine alkoxy-carbonylsubstituierte Alkylgruppe, bevorzugt eine alkoxy-carbonylsubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine carboxysubstituierte niedrige Alkenylgruppe, eine alkoxy-carbonylsubstituierte niedrige Alkenylgruppe, eine Acetylgruppe, eine Alkylthiogruppe, eine Phenoxygruppe oder eine niedrige Alkoxygruppe bedeutet;

(iii) R^9 eine niedrige Alkylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine substituierte Phenylgruppe, bevorzugt eine niedrig-alkylsubstituierte Phenylgruppe oder eine Alkylaminogruppe, bevorzugt eine niedrige Alkylaminogruppe, bedeutet;

(iv) X ein Sauerstoff- oder Schwefelatom bedeutet;

(v) R^{10} ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine Cycloalkylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe oder eine substituierte Phenylgruppe, bevorzugt eine halogensubstituierte Phenylgruppe, bedeutet; und



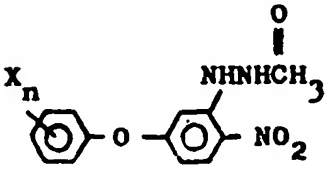
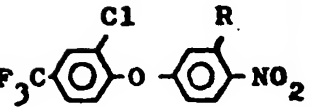

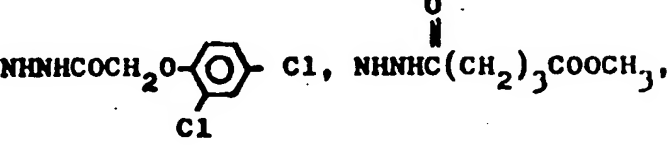
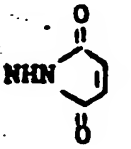
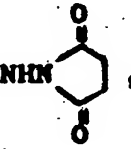
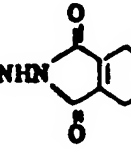
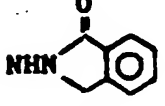
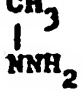
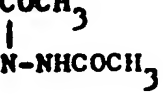
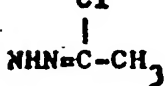
steht, wobei n' für eine ganze Zahl von 2 bis 5 steht;

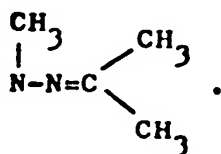
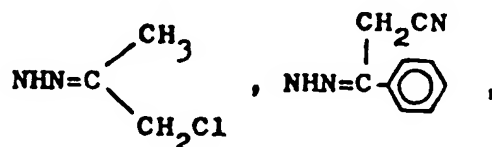
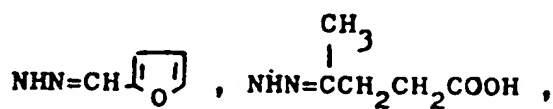
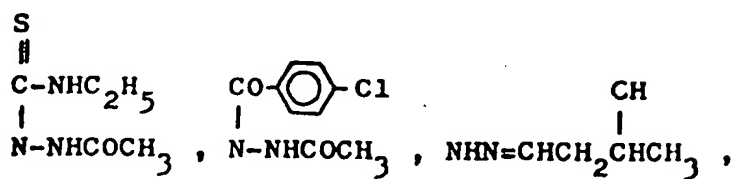
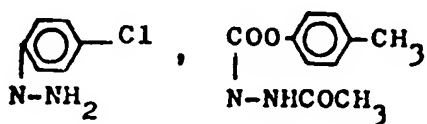
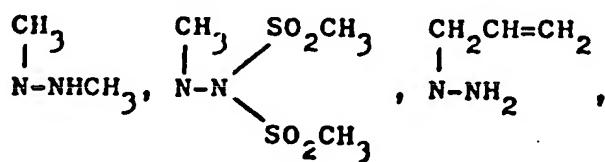
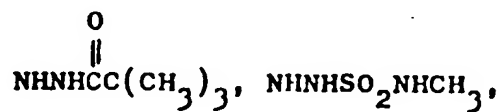
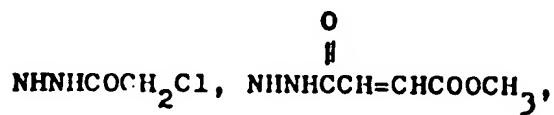
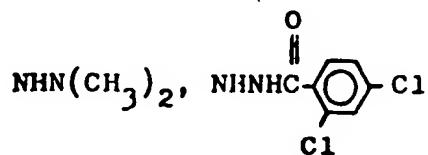
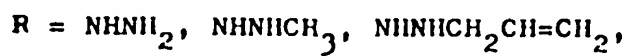
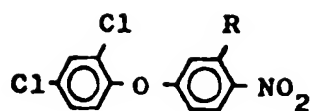
(c) R^4 und R^5 je ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine Alkylgruppe, eine niedrige Alkenylgruppe, eine unsubstituierte Phenylgruppe, eine Styrylgruppe, eine niedrige Alkoxygruppe, eine halogensubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine hydroxysubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine cyanosubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine carboxysubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine niedrig-alkoxycarbonylsubstituierte niedrige Alkylgruppe, eine niedrige Alkylthiogruppe oder eine Furylgruppe bedeuten oder R^4 und R^5 zusammen eine Alkylengruppe bilden; und

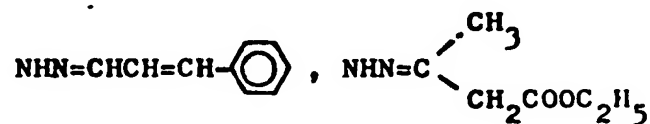
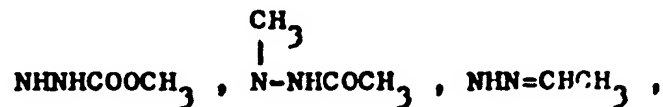
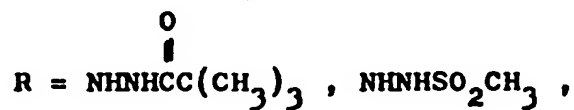
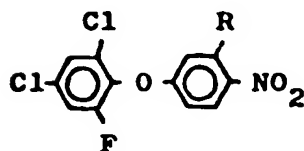
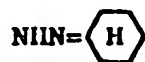
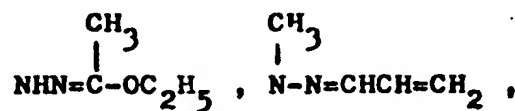
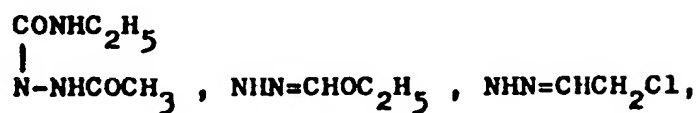
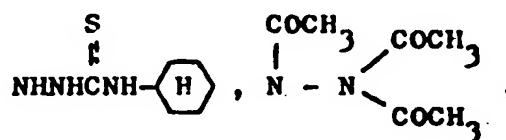
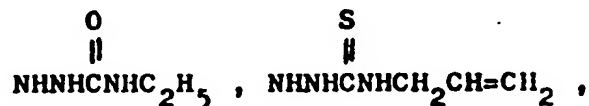
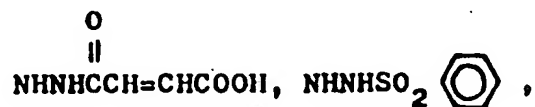
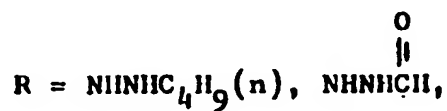
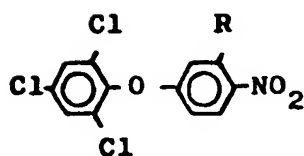
(d) Y für $\overset{\text{O}}{\parallel}\text{C}-$, $\overset{\text{O}}{\parallel}\text{C}-\overset{\text{O}}{\parallel}\text{C}-$ oder $\overset{\text{O}}{\parallel}\text{C}-(\text{CH}_2)_n-\overset{\text{O}}{\parallel}\text{C}-$ steht, worin n eine ganze Zahl von 1 bis 4 bedeutet.

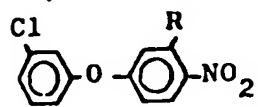
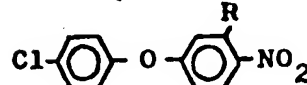
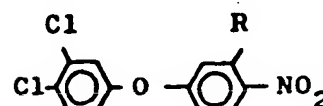
Beispiele von erfindungsgemäßen Verbindungen, die durch die obige allgemeine Formel I dargestellt werden, sind in Tabelle 1 und spezifischer in Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 1

	$X_n = \text{H}, 3\text{-Cl}, 4\text{-Cl}, 2,4\text{-Cl}_2, 3,4\text{-Cl}_2, 2,4,6\text{-Cl}_3, 2,4\text{-Cl}_2\text{F}, 4\text{-CH}_3, 3,5\text{-(CH}_3)_2, 2\text{CH}_3, 4\text{Cl}, 2\text{Cl}4\text{CF}_3, 2\text{Cl}4\text{CCl}_3.$
	$R = \text{NHNH}_2, \text{NHNH}-\text{C}_6\text{H}_5,$   $\text{NHNHCSNH}_2, \text{NHNHCSC}_8\text{H}_{17}(n),$       





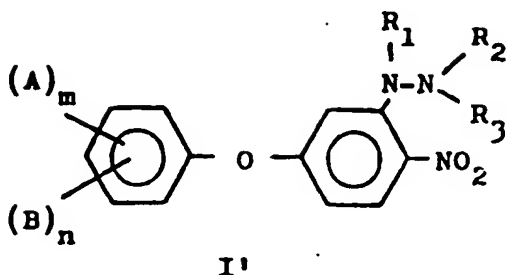
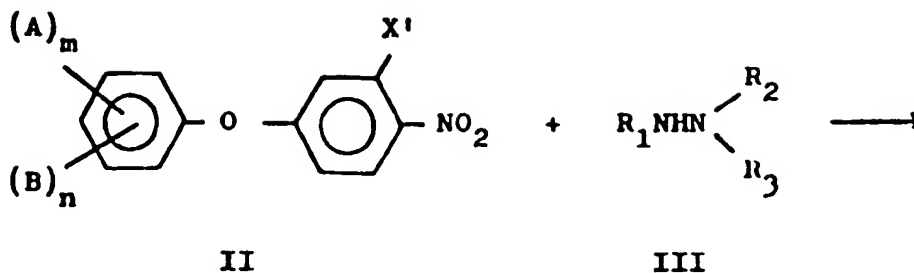
	$R = \text{NHNH}_2, \text{NHN}=\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array}, \text{NHN}=\text{C} \begin{array}{l} \text{SCH}_3 \\ \text{SCH}_3 \end{array}$
	$R = \text{NHNHP} \begin{array}{l} \text{S} \\ \\ \text{CC}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{CC}_2\text{H}_5 \end{array}, \text{NHNHCCH}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{CH}_3$ $\text{CHC}\equiv\text{CH} \begin{array}{l} \\ \text{N}-\text{NH}_2 \end{array}, \text{N}-\text{NHC} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \end{array} \begin{array}{l} \text{O} \\ \end{array} \text{CH}_2\text{CH}_2 \begin{array}{l} \text{O} \\ \end{array} \text{COCH}_3$
	$R = \text{NHNHC} \begin{array}{l} \text{O} \\ \end{array} \text{C}_2\text{H}_5$

Die neuen erfindungsgemäßen Diphenylätherverbindungen sind bei der Kontrolle von Unkräutern auf Feldern, wo die Nutzpflanzen auf dem Halm sind, insbesondere Reisfeldern, nützlich. Sie können entweder für die Behandlung von mit Wasser gefüllten Feldern vor dem Auftreten von Unkräutern oder für die Behandlung während der Wachstumszeit in dem Feld für die Nutzpflanzen, insbesondere dem Reisfeld, verwendet werden, wenn die Be- bzw. Umpflanzung durchgeführt wurde. Die erfindungsgemäßen Verbindungen zeigen eine überlegene herbizide Aktivität gegenüber Smallerflower umbrellaplant, Scirpus juncoide und Eleocharis kuroguwai, die zu den Cyperaceae gehören, sowie ebenfalls gegenüber Echinochloa crusgalli (Barneyardgrass bzw. Scheunenhofgras), das ein sehr schädliches Unkraut auf dem frischgepflanzten Reisfeld ist, Narrowleaf waterplantain und Sagittaria trifolia, die zu den Alismataceae gehören, Monochria vaginalis, Rotala indica, Ludwigia prostrata und Eclipta prostrata, die

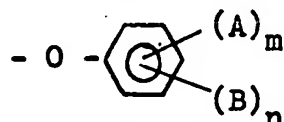
einjährige, breitblättrige Unkräuter sind, usw., und sie haben eine hohe Selektivität, so daß die Phytotoxizität auf den verpflanzten, im Wasser stehenden Reispflanzen sehr gering ist.

Weiterhin besitzen die Verbindungen überlegene spezifische Merkmale, insofern, als sie eine überlegene herbizide Aktivität und Restwirkung bei der Bodenbehandlung vor dem Auftreten der Unkräuter und bei der Behandlung von Stengeln und Blättern wie auch vom Boden gegenüber Unkräutern zeigen, die Probleme auf den trockenen, erntetragenden Feldern verursachen, wie Fingerhirse (Crabgrass; *Digitaria sanguinalis*), Fuchsschwanz (Foxtail), Scheunenhofgras (Barnyardgrass; *Echinochloa crusgalli*), Blaugras (Bluegrass), Fuchsschwanzgras (Foxtailgrass), Johnsongras (Johnsongrass), Bermudagrass (Bermudagrass), Ackerquecke (Quackgrass), Fuchsschwanz (Redroot pigweed), Weißer Gänsefuß (Lambsquarters; *Chenopodium album*), Wasserpfeffer (Smartweed), Grießwurz (Velvet leaf; *Abutilon theophrasti*), Winde (Morningglory; *Ipomoea*), herzblättrige Kletten (Hertleaf cocklebur), *Rumex japonicus*, Wilder Senf (Wild mustard), Hirtentäschel (Shepherdspurse) usw., und sie zeigen weiterhin keine Phytotoxizität gegenüber Sojabohnen und Erdnüssen, die zu den Leguminosae gehören, Baumwolle, Mais, Weizen usw., und sie besitzen nur eine geringe Phytotoxizität, selbst wenn sie bei der Behandlung in höheren Konzentrationen verwendet werden.

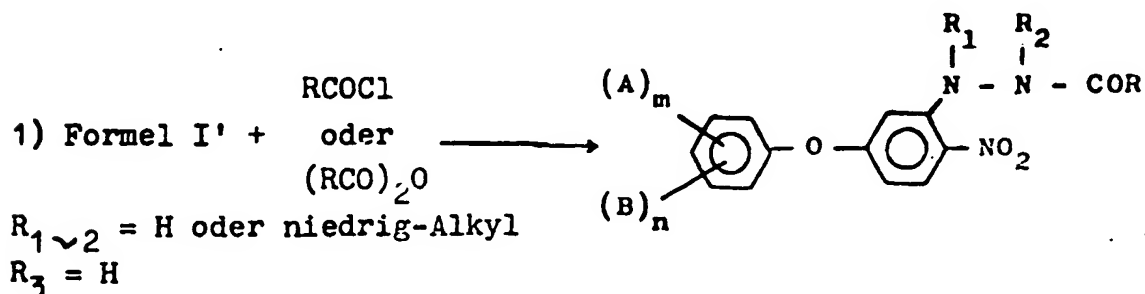
Die neuen, durch die allgemeine Formel I dargestellten Verbindungen können beispielsweise nach der folgenden Reaktion hergestellt werden, wobei man von Verbindungen der Formel II ausgeht, die bekannt sind und die z.B. nach den Verfahren gemäß den JA-PSen 49-236, 50-37740 und 54-95527 hergestellt werden können.

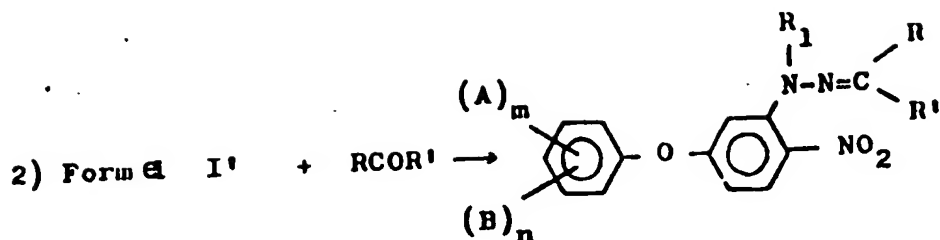


worin X' für ein Halogenatom, eine Nitrogruppe oder eine Phenoxygruppe steht, die durch die Formel



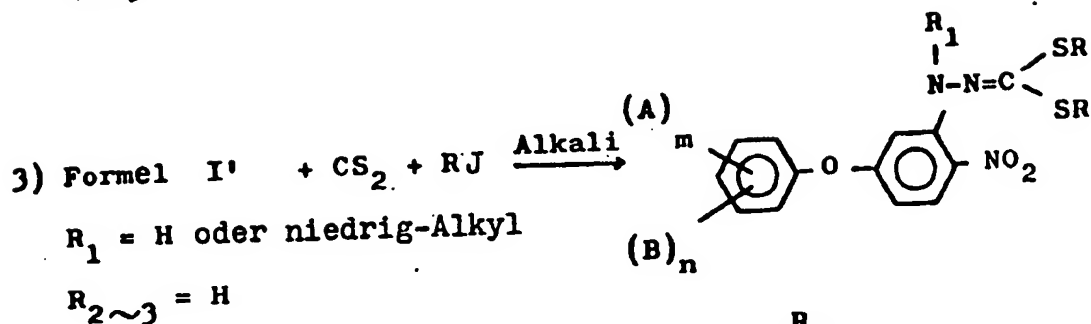
dargestellt wird, R_1 , R_2 und R_3 je für ein Wasserstoffatom oder eine niedrige Alkylgruppe stehen und $(A)_m$ und $(B)_n$ die bei der allgemeinen Formel I gegebenen Definitionen besitzen. Wenn die Verbindung der allgemeinen Formel II in einem geeigneten organischen Lösungsmittel, z.B. Benzol, Dioxan oder Dimethylformamid, gelöst wird, und Alkylhydrazin der allgemeinen Formel III zugesetzt wird, wird die Reaktion leicht durchgeführt, so daß die Verbindungen der allgemeinen Formel I' mit hoher Ausbeute erhalten werden kann. Unter Verwendung der Verbindungen der Formel I', die selbstverständlich auch Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind, können verschiedene Verbindungen der Formel I nach an sich bekannten Verfahren, wie im folgenden näher erläutert wird, hergestellt werden.





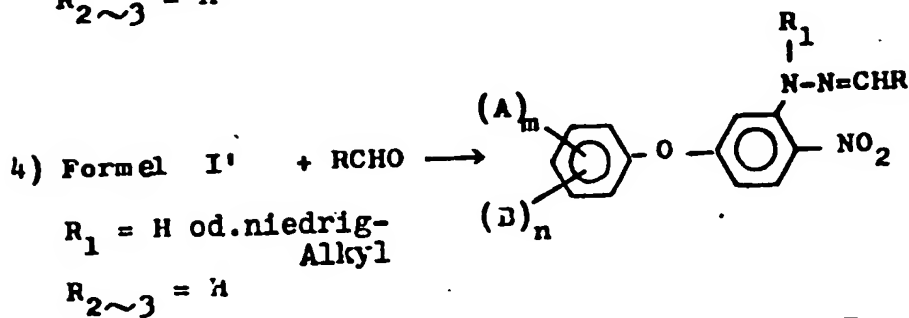
$\text{R}_1 = \text{H}$ oder niedrig-Alkyl

$\text{R}_{2\sim 3} = \text{H}$



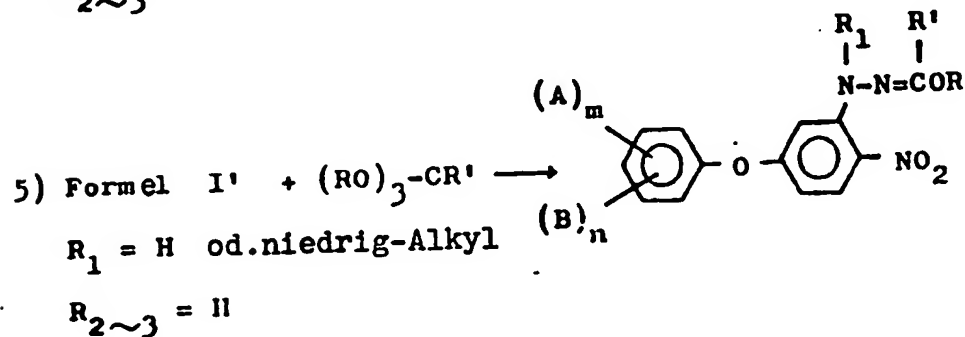
$\text{R}_1 = \text{H}$ oder niedrig-Alkyl

$\text{R}_{2\sim 3} = \text{H}$



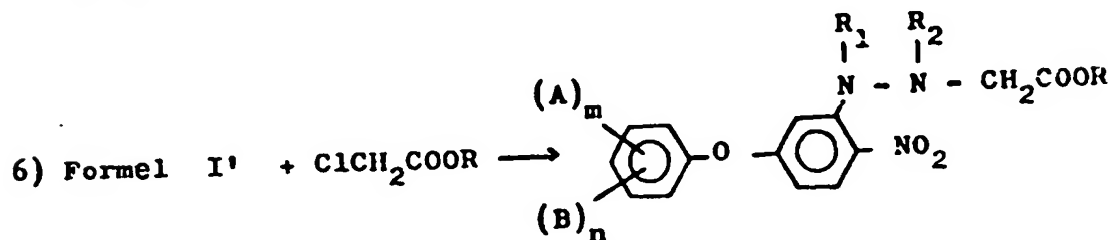
$\text{R}_1 = \text{H}$ od. niedrig-Alkyl

$\text{R}_{2\sim 3} = \text{H}$



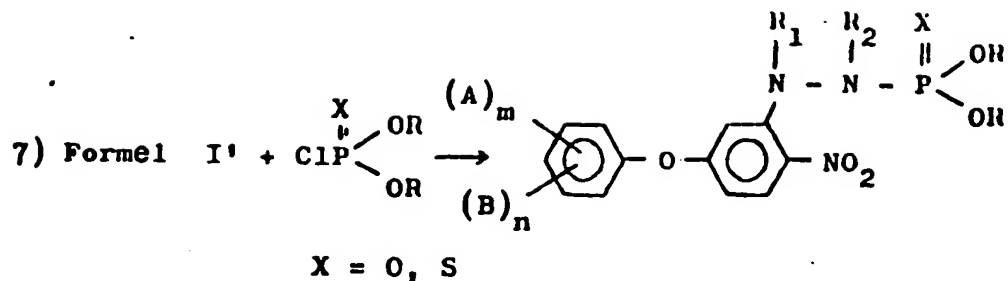
$\text{R}_1 = \text{H}$ od. niedrig-Alkyl

$\text{R}_{2\sim 3} = \text{H}$



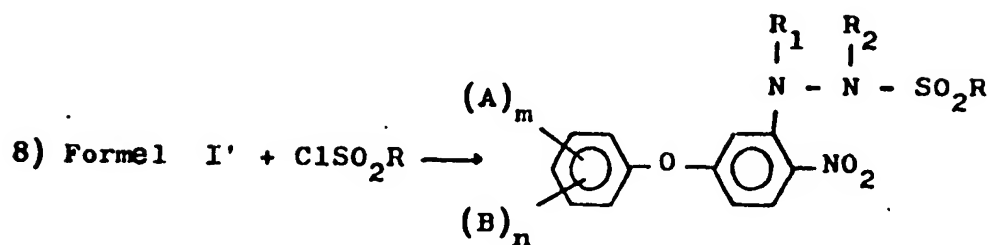
$\text{R}_{1\sim 2} = \text{H}$ oder niedrig-Alkyl

$\text{R}_3 = \text{H}$



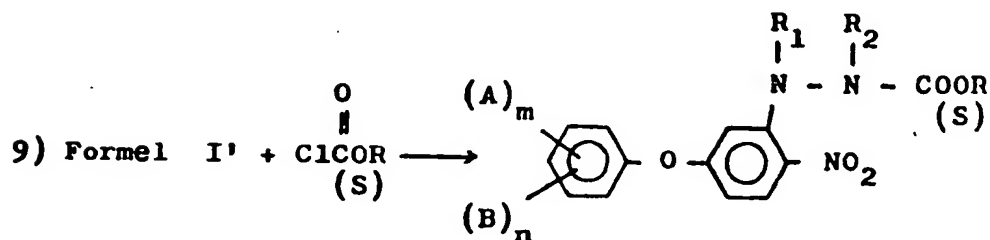
$R_1 \sim R_2 = \text{H}$ oder niedrig-Alkyl

$R_3 = \text{H}$



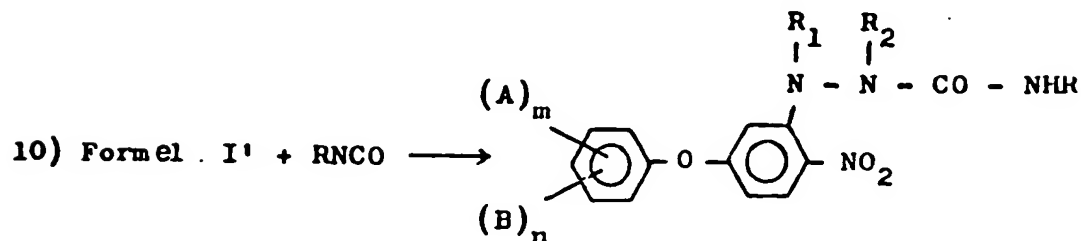
$R_1 \sim R_2 = \text{H}$ oder niedrig-Alkyl

$R_3 = \text{H}$



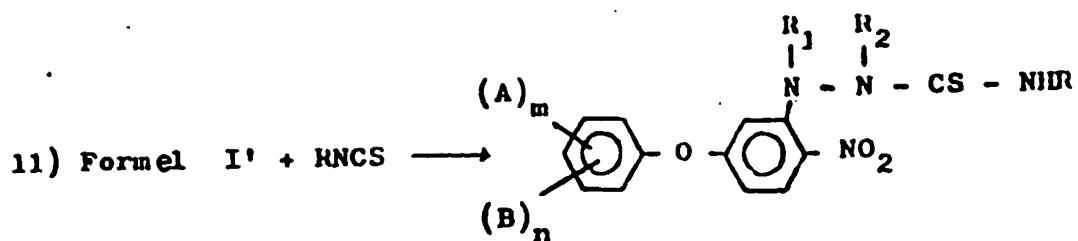
$R_1 \sim R_2 = \text{H}$ oder niedrig-Alk.

$R_3 = \text{H}$



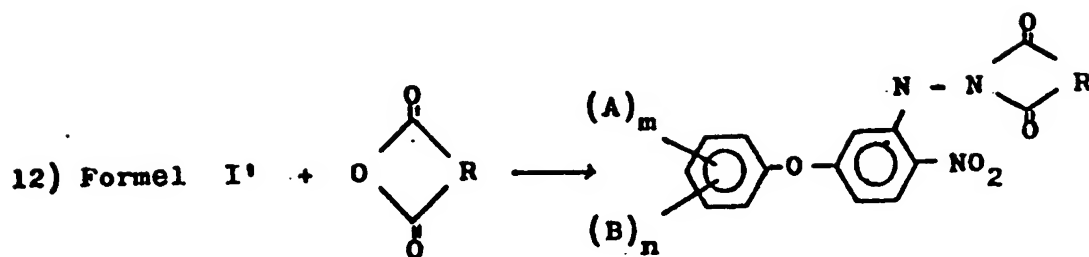
$R_1 \sim R_2 = \text{H}$ oder niedr. Alk.

$R_3 = \text{H}$



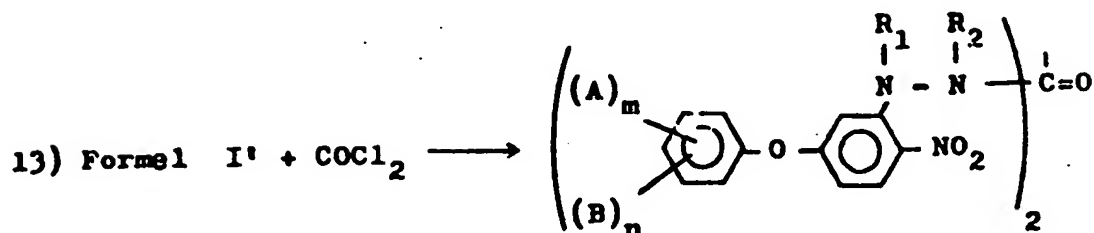
$R_1 \sim R_2 = H$ oder niedrig-Alk.

$R_3 = H$



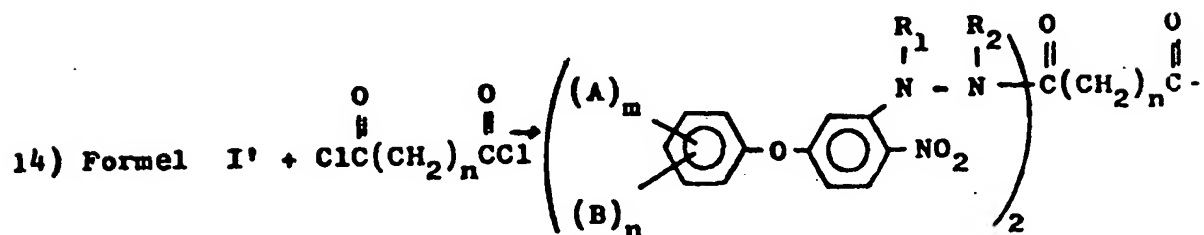
$R_1 = H$ oder niedrig-Alk.

$R_2 = H$



$R_1 \sim R_2 = H$ oder niedrig-Alk.

$R_3 = H$

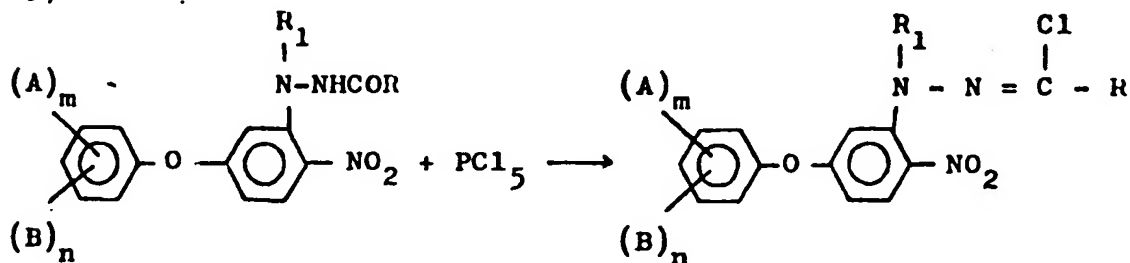


$R_1 \sim R_2 = H$ oder niedrig-Alk.

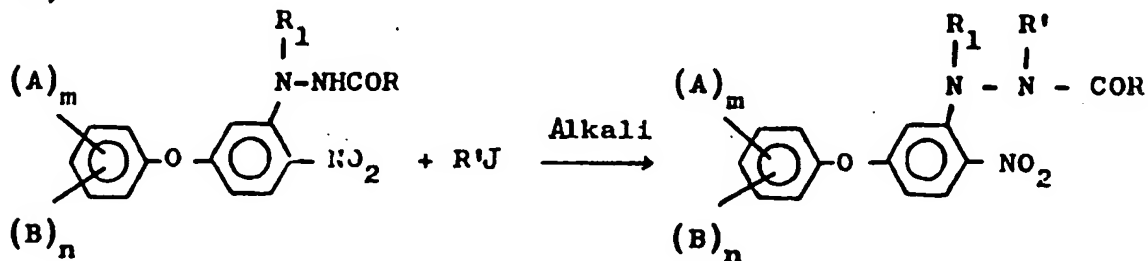
$R_3 = H$

Verbindungen der Formel I mit herbizider Aktivität können nach den folgenden Reaktionen hergestellt werden, wobei man von anderen Derivaten als den Verbindungen der Formel I' ausgeht:

15)



16)



Die Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel I wird in den folgenden Beispielen näher erläutert, wobei bei den Verbindungen eine Zahl angegeben ist, wie sie in Tabelle 2 verwendet wird.

Beispiel 1

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 19)

7,2 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3',4'-dinitrodiphenyläther und 50 ml Dioxan werden in einen 100 ml Vierhalskolben gegeben, und nach dem Auflösen werden 2 g Hydrazinhydrat bei 5 bis 10°C zugetropft. Danach rührt man 2 h bei 25 bis 30°C. Nach Beendigung der Reaktion wird die Reaktionsflüssigkeit in 200 ml Wasser gegeben. Die entstehenden, ausgefällten Kristalle werden abfiltriert, mit Wasser gewaschen und ge-

trocknet. Die so erhaltenen Kristalle werden aus Äthanol umkristallisiert; man erhält 5 g der gewünschten Verbindung Fp. 131,5 bis 132°C.

Beispiel 2

Herstellung von 2,4-Dichlor-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 7)

44,5 g 2,4-Bis-(2,4-dichlorphenoxy)-nitrobenzol und 100 ml Dioxan werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingelegt, und nach dem Auflösen werden 15 ml Hydrazinhydrat zugegeben. Danach rührt man 8 h bei 60 bis 80°C. Nach Beendigung der Reaktion wird die entstehende Flüssigkeit in Wasser gegeben, die entstehenden, ausgefallten Kristalle werden abfiltriert, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Die so erhaltenen Kristalle werden aus Äthanol umkristallisiert; man erhält 26 g der angestrebten Verbindung, Fp. 124 bis 125°C.

Beispiel 3

Herstellung von 3,5-Dimethyl-3'-(2-acetylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 18)

7,0 g 3,5-Dimethylphenol, 7,5 g Kaliumcarbonat und 100 ml Dimethylformamid werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingelegt und 11 g 2-Acetyl-1-(5-chlor-2-nitrophenyl)-hydrazin werden zugegeben. Anschließend rührt man 5 h bei 140 bis 145°C. Nach Beendigung der Reaktion wird die entstehende Flüssigkeit in Wasser gegeben und mit einem Lösungsmittelgemisch aus Benzol/Äthylacetat extrahiert, danach mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Trocknen werden die Lösungsmittel bei verringertem Druck abdestilliert und anschließend erfolgt eine Reinigung mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/Äthylacetat (1:1) als Entwicklungslösungsmittel; man erhält 2 g der angestrebten Verbindung, Fp. 192 bis 193°C.

Beispiel 4

Herstellung von 2,4-Dichlor-3'-(äthoxymethylen)-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 10)

2 g 2,4-Dichlor-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther und 50 ml Benzol werden in einen 100 ml Vierhalskolben eingelegt. Nach dem Auflösen gibt man 1 ml Äthyl-o-formiat und 1 Tropfen konz. Schwefelsäure zu und erhitzt anschließend unter Rückfluß und Rühren während 30 min. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird abgekühlt, mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Anschließend wird Benzol bei vermindertem Druck abdestilliert und aus Äthanol umkristallisiert; man erhält 2,1 g der angestrebten Verbindung, Fp. 135 bis 136°C.

Beispiel 5

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-n-butylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 21) und 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-n-butylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 98)

3,6 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3',4'-dinitrodiphenyläther und 30 ml Dioxan werden in einen 50 ml Vierhalskolben eingelegt. Nach dem Auflösen setzt man tropfenweise 2 g n-Butylhydrazin zu und rührt dann 4 h bei Zimmertemperatur. Zu der entstehenden Reaktionsflüssigkeit gibt man etwa 200 ml Benzol, wäscht anschließend mit Wasser und trocknet über wasserfreiem Natriumsulfat. Nach dem Abdestillieren von Benzol bei vermindertem Druck erfolgen die Reinigung und Trennung mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol als Entwicklungslösungsmittel; man erhält Flüssigkeiten von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-n-butylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (1,2 g) und 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-n-butylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (1,3 g).

Beispiel 6

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2,2-dimethylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 23)

7,2 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3',4'-dinitrodiphenyläther und 100 ml Dioxan werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingelegt. Nach dem Auflösen gibt man 2,7 g 1,1-Dimethylhydrazin bei Zimmertemperatur zu und rührt 5 h bei 50 bis 60°C. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird abgekühlt und dann in Wasser gegeben. Anschließend wird mit Benzol extrahiert und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Nach der Abdestillation von Benzol unter vermindertem Druck erfolgt die Reinigung mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol als Entwicklungslösungsmittel; man erhält 7,7 g des angestrebten Produkts in Form einer Flüssigkeit.

Beispiel 7

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-äthoxycarbonylmethylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 25)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 1 g Triäthylamin und 100 ml Toluol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingelegt. Nach dem Auflösen gibt man 1,7 g Äthylbromacetat zu und erhitzt während 10 h unter Rühren am Rückfluß. Nach dem Rühren wird das entstehende Reaktionsmaterial in Wasser gegeben. Die entstehende Toluolschicht wird mit verdünnter Chlorwasserstoffsäure und mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Toluol wird bei vermindertem Druck abdestilliert, und die entstehende, ölige Substanz wird mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol als Entwicklungslösungsmittel gereinigt. Man erhält 1 g des angestrebten Produktes, Fp. 99 bis 100°C.

Beispiel 8

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(o,o-diäthylthio-phosphonylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr.26)

3,4 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 1,1 g Triäthylamin und 100 ml Isopropanol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingeleitet. Nach dem Auflösen gibt man tropfenweise bei Zimmertemperatur 1,9 g o,o-Diäthylthiophosphonylchlorid zu und rührt 4 h bei 50 bis 60°C. Das entstehende Material wird abgekühlt und in Wasser gegeben. Die entstehende, ölige Substanz wird zweimal mit 150 ml Benzol extrahiert, anschließend mit verdünnter Chlorwasserstoffsäure, wäßriger Natriumbicarbonatlösung und Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Das Lösungsmittel wird bei vermindertem Druck abdestilliert; man erhält 5 g einer öligen Substanz, die mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol als Entwicklungslösungsmittel gereinigt wird. Man erhält 4 g des angestrebten Produktes, Fp. 70 bis 71°C.

Beispiel 9

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-formylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 27)

3,4 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrophenyläther, 0,5 g Ameisensäure und 30 ml Äthanol werden in einen 50 ml Vierhalskolben eingeleitet, danach gelöst und 2 h unter Rühren am Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen wird Äthanol bei vermindertem Druck abdestilliert. Die dabei erhaltene, feste Substanz wird aus Benzol/Äthanol umkristallisiert; man erhält 1,6 g der angestrebten Verbindung, Fp. 176 bis 177°C.

Beispiel 10

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-crotonoylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 33)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyl-

äther und 50 ml Eisessig werden in einen 100 ml Vierhalskolben gegeben. Nach dem Auflösen gibt man 2 g Crotonsäureanhydrid bei Zimmertemperatur hinzu und rührt danach 3 h bei 80 bis 90°C. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in 300 ml Wasser gegeben, mit Äthylacetat extrahiert, dann mit Wasser gewaschen und schließlich über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Das Lösungsmittel wird bei vermindertem Druck abdestilliert. Das entstehende Material wird aus Benzol/n-Hexan umkristallisiert; man erhält 2,8 g der angestrebten Verbindung, Fp. 170 bis 171°C.

Beispiel 11

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-chloracetylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 37)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 1,2 g Triäthylamin und 100 ml Benzol werden in einen 200 ml Vierhalskolben gegeben. Nach dem Auflösen gibt man tropfenweise 1,3 g Chloracetylchlorid zu und erhitzt 2 h unter Rühren am Rückfluß. Das entstehende Material wird abgekühlt und dann in Wasser gegeben. Die entstehenden Kristalle werden durch Filtration gesammelt, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Die entstehenden Rohkristalle werden aus Benzol umkristallisiert; man erhält 2,9 g der angestrebten Verbindung, Fp. 188 bis 188,5°C.

Beispiel 12

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(3-äthoxycarbonylpropionyl)-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 44)

2 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 0,6 ml Pyridin und 20 ml Tetrahydrofuran werden in einen 50 ml Vierhalskolben gegeben. Nach dem Auflösen gibt man langsam unter Kühlen bei -5 bis 0°C 1 g Monoäthylsuccinat hinzu und rührt anschließend 1 h bei Zimmertemperatur. Die

entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in Wasser gegeben, mit Benzol extrahiert und dann über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Benzol wird bei vermindertem Druck abdestilliert und das entstehende Material wird mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/Äthylacetat (4:1) als Entwicklungslösungsmittel gereinigt; man erhält 1 g des angestrebten Produktes, Fp. 117 bis 118°C.

Beispiel 13

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-p-tosylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 49)

3,4 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther und 30 ml Pyridin werden in einen 100 ml Vierhalskolben gegeben und bei Zimmertemperatur mit 2 g p-Toluolsulfonylchlorid versetzt. Man rührt 1 h und läßt das entstehende Material über Nacht stehen. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in Wasser gegeben, mit Benzol extrahiert, anschließend mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels bei vermindertem Druck wird das entstehende Material mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/Äthylacetat (4:1) als Entwicklungslösungsmittel gereinigt. Man erhält 4 g der angestrebten Verbindung, Fp. 146 bis 147°C.

Beispiel 14

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-äthoxycarbonylhydrazino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 53)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 0,9 g Pyridin und 50 ml Toluol werden in einen 100 ml Vierhalskolben gegeben. Nach dem Auflösen und anschließendem Abkühlen auf 0 bis 5°C gibt man langsam 1,2 g Äthylchlorcarbonat zu und rührt 1 h bei der gleichen Temperatur. Toluol wird bei vermindertem Druck aus der entstehenden Reaktions-

flüssigkeit abdestilliert, 100 ml Wasser werden zugegeben und dann werden die entstehenden Kristalle durch Filtration gesammelt. Die so erhaltenen Rohkristalle werden aus Äthanol/Wasser umkristallisiert; man erhält 2,9 g der angestrebten Verbindung, Fp. 118 bis 119°C.

Beispiel 15

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(n-octylthio)-carbonylhydrazino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr.58)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 1 g Triäthylamin und 100 ml Benzol werden in einen 200 ml Vierhalskolben gegeben. Nach dem Auflösen setzt man tropfenweise bei Zimmertemperatur 2,1 g n-Octylthiocarbonylchlorid zu und rührt dann 3 h bei 55 bis 60°C. Das entstehende Material wird abgekühlt und in Wasser gegeben. Anschließend wird die entstehende Benzolschicht abgetrennt, mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Dann wird das Benzol abdestilliert, und das entstehende Material wird mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol als Entwicklungslösungsmittel gereinigt; man erhält 2,3 g der angestrebten Verbindung, Fp. 83 bis 84°C.

Beispiel 16

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(4-äthylsemicarbazido)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 60)

3,4 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther und 50 ml Toluol werden in einen 100 ml Vierhalskolben gegeben. Nach dem Auflösen werden 1,4 g Äthylisocyanat, gelöst in 20 ml Toluol, und 2 bis 3 Tropfen Dibutylzinnlaurat tropfenweise bei Zimmertemperatur zugegeben. Die Temperatur wird allmählich erhöht und anschließend erhitzt man 1 h unter Rühren am Rückfluß. Nach dem Abkühlen werden die entstehenden, ausgefallenen Kristalle durch Filtration gesammelt und mit Toluol gewaschen; man erhält 3,3 g der angestrebten Verbindung, Fp. 184 bis 185°C.

Beispiel 17

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-thiosemicarbazido-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 65)

3,5 g 2-Chlor-3-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 50 ml Äthanol, 0,9 ml konz. Chlorwasserstoffsäure und 0,8 g Natriumthiocyanat werden in einen 100 ml Vierhalskolben gegeben und 6 h unter Rühren am Rückfluß erhitzt. Dann wird Äthanol bei vermindertem Druck abdestilliert. Anschließend werden 200 cm³ Wasser zugegeben, die entstehenden Kristalle werden durch Filtration gesammelt und aus Äthanol/Wasser umkristallisiert; man erhält 0,9 g des angestrebten Produktes, Fp. 180,5 bis 183°C.

Beispiel 18

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(4-äthyl)-thiosemicarbazido-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 67)

3,4 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther und 100 ml Toluol werden in einen 200 ml Vierhalskolben gegeben. Nach dem Auflösen gibt man 0,9 g Äthylisothiocyanat und 2 bis 3 Tropfen Dibutylzinnlaurat tropfenweise hinzu und erhitzt unter Rühren 10 h am Rückfluß. Nach dem Abkühlen wird Toluol unter verringertem Druck abdestilliert. Man erhält 5 g einer öligen, Kristalle enthaltenden Verbindung, die mit einer geringen Menge Benzol versetzt wird. Die entstehenden Kristalle werden durch Filtration gesammelt; man erhält 1,7 g der angestrebten Verbindung, Fp. 180 bis 181°C.

Beispiel 19

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(dichlormaleinimidoyl)-amino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 71)

3,4 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 1,7 g Dichlormaleinsäureanhydrid und 100 ml Essigsäure werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingeleitet, und dann rührt man 2 h bei 110°C. Nach dem Abkühlen wird das entste-

hende Material in Wasser gegeben, die ausgefallenen Kristalle werden durch Filtration gesammelt, dann mit Wasser gewaschen und mit einer geringen Menge Äthanol versetzt. Man erhält 3,3 g der angestrebten Verbindung, Fp. 149 bis 150°C.

Beispiel 20

Herstellung von N-[5-(2-Chlor-4-trifluormethylphenoxy)-2-nitrophenyl]-amino-2,3-dihydroisindolinon (Verbindung Nr.73)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 2,2 g Triäthylamin und 100 ml Dioxan werden in einen 200 ml Vierhalskolben gegeben. Nach dem Auflösen gibt man nach und nach 1,9 g 2-Chlormethylbenzoylchlorid bei Zimmertemperatur hinzu und rührt 3 h bei 95 bis 100°C. Nach dem Abkühlen wird das entstehende Material in Wasser gegeben, mit Benzol extrahiert, anschließend mit einer wäßrigen Lösung von Natriumhydrogensulfat und Wasser gewaschen und mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Trocknen wird Benzol bei vermindertem Druck abdestilliert. Das entstehende Material wird mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/Äthylacetat (95:5) als Entwicklungslösungsmittel gereinigt; man erhält 0,9 g der angestrebten Verbindung, Fp. 207 bis 208°C.

Beispiel 21

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-methylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 76)

36 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3',4'-dinitrodiphenyläther und 300 ml Dioxan werden in einen 500 ml Vierhalskolben eingelegt. Anschließend gibt man 9 g Methylhydrazin tropfenweise bei 20°C oder darunter zu und rührt 2 h bei Zimmertemperatur. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in Wasser gegeben, mit Benzol extrahiert, mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Benzol wird bei vermindertem Druck abdestilliert. Nach der Umkristallisation

aus Äthanol erhält man 24 g der angestrebten Verbindung, Fp. 96 bis 97°C.

Beispiel 22

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-methyl-2-methylsulfonylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 85) und 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-[1-methyl-2,2-bis-(methylsulfonyl)-hydrazino]-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 86)

3,6 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-methylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther, 1 g Triäthylamin und 100 ml Benzol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingeleitet. 1,7 g Methansulfonylchlorid werden tropfenweise zugesetzt, während die Temperatur bei 15°C oder darunter gehalten wird. Danach rührt man 1 h bei Zimmertemperatur. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in Wasser gegeben, die entstehende Benzolschicht wird mit Wasser gewaschen und über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Trocknen wird Benzol unter vermindertem Druck abdestilliert. Die entstehende Flüssigkeit wird mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/Äthylacetat (10:1) als Entwicklungslösungsmittel gereinigt; man erhält 0,8 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-methyl-2-methylsulfonylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Fp. 117 bis 118°C) und 2,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-[1-methyl-2,2-bis-(methylsulfonyl)-hydrazino]-4'-nitrodiphenyläther (Fp. 160 bis 161,5°C).

Beispiel 23

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-[1-methyl-2-(2-methylsulfamoyl)-hydrazino]-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 87)

3,6 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-methylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther, 1 g Triäthylamin und 100 ml Benzol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingeleitet. Anschließend setzt man 1,9 g Methylaminosulfamoylchlorid tropfenweise bei

15°C oder darunter zu und rührt 1 h bei Zimmertemperatur. Das entstehende Material wird in Wasser gegeben, die entstehende Benzolschicht wird zweimal mit Wasser gewaschen und dann über wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Benzol wird bei verringertem Druck abdestilliert. Nach der Umkristallisation aus Benzol/n-Hexan (1:1) erhält man 3 g der angestrebten Verbindung, Fp. 124 bis 126°C.

Beispiel 24

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1,2,2-triacetylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 102)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 1,2 g Triäthylamin und 100 ml Benzol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingelegt. Nach dem Auflösen gibt man tropfenweise 2,6 g Acetylchlorid bei 5 bis 10°C zu und rührt 2 h bei 40°C. Nach dem Abkühlen wird das entstehende Material in Wasser gegeben und die entstehenden Kristalle werden durch Filtration gesammelt. Anschließend werden sie durch eine Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/Äthylacetat (4:1) als Entwicklungslösungsmittel gereinigt; man erhält 4 g der angestrebten Verbindung, Fp. 106 bis 107°C.

Beispiel 25

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-acetyl-1-äthoxycarbonylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 103)

3,9 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-acetylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther, 1,2 g Triäthylamin und 100 ml Benzol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingelegt. Nach dem Auflösen setzt man 1,2 g Äthylchlorcarbonat tropfenweise bei 5 bis 10°C zu und rührt 2 h bei 40°C. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in Wasser gegeben. Die entstehenden Kristalle werden durch Filtration gesammelt und anschließend mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/Äthylacetat (4:1) als Entwicklungslösungsmittel gereinigt;

man erhält 1,5 g der angestrebten Verbindung, Fp. 134 bis 135°C.

Beispiel 26

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-acetyl-1-äthylcarbamoylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 104)

3,9 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-acetylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther und 100 ml Toluol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingelegt und dann mit einer Lösung, die durch Auflösen von 0,8 g Äthylisocyanat in 5 ml Toluol erhalten wurde, und 1 Tropfen Dibutylzinnlaurat bei Zimmertemperatur versetzt. Anschließend erhitzt man 6 h unter Rühren am Rückfluß. Toluol wird bei vermindertem Druck abdestilliert. Nach der Reinigung mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/Äthylacetat (4:1) als Entwicklungslösungsmittel erhält man 3,5 g der angestrebten Verbindung in Form eines Öls.

Beispiel 27

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(n-heptylidenhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 113)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther und 30 ml Dioxan werden in einen 50 ml Vierhalskolben eingelegt. Nach dem Auflösen gibt man 1,5 g n-Heptylaldehyd und 3 Tropfen konz. Chlorwasserstoffsäure bei Zimmertemperatur zu und rührt 4 h. Das entstehende Material wird in 200 ml Wasser gegeben. Anschließend werden die entstehenden Kristalle durch Filtration gesammelt und aus Äthanol umkristallisiert; man erhält 3,6 g der angestrebten Verbindung, Fp. 93 bis 94°C.

Beispiel 28

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(1-chloräthyliden)-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 123)

4,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-acetylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther und 2,9 g Phosphorpentachlorid werden in einen 50 ml Vierhalskolben eingelegt. Anschließend rührt man etwa 1 h bei 70°C, bis die Entwicklung von Chlorwasserstoffgas aufhört. Nach dem Abkühlen wird Benzol zugegeben und dann extrahiert. Die entstehende Benzollösung wird dekantiert und für die folgende Reaktion verwendet.

3,2 g Phenol und 100 ml Benzol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingelegt. Die wie oben beschrieben hergestellte Benzollösung wird tropfenweise zugegeben, während die Temperatur bei 10 bis 15°C gehalten wird. Anschließend rührt man 3 h bei 20°C. Unter Verwendung von Stickstoffgas wird Chlorwasserstoffgas entfernt und Benzol bei vermindertem Druck abdestilliert. Man erhält 10 g einer öligen Substanz, die dann mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol als Entwicklungslösungsmittel gereinigt wird; man erhält 2,6 g der angestrebten Verbindung, Fp. 103 bis 113°C.

Beispiel 29

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-isopropylidenhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 124)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther und 50 ml Aceton werden in einen 100 ml Vierhalskolben eingelegt. Nach dem Auflösen wird die entstehende Lösung 1 h bei Zimmertemperatur stehengelassen. Aceton wird bei verringertem Druck aus der Reaktionsflüssigkeit abdestilliert; man erhält 3,5 g Rohkristalle, die aus Äthanol umkristallisiert werden. Man erhält 2,5 g der angestrebten Verbindung, Fp. 134 bis 135°C.

Beispiel 30

Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-[bis-(methylthio)-methylen]-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 140)

3,5 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther und 60 ml Äthanol werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingeleitet und tropfenweise unter Rühren mit 2,3 g Schwefelkohlenstoff versetzt. Anschließend setzt man eine durch Auflösen von 1,2 g Kaliumhydroxid in Äthanol hergestellte Lösung zu und rührt 30 min bei Zimmertemperatur. Weiterhin gibt man 5 g Methyljodid zu und rührt 1 h bei 45 bis 50°C. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in Wasser gegeben, mit Benzol extrahiert und mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Das Lösungsmittel wird bei vermindertem Druck abdestilliert. Nach der Reinigung mittels einer Silikagelsäule unter Verwendung von Benzol/n-Hexan (1:1) als Entwicklungslösungsmittel erhält man 0,5 g der angestrebten Verbindung, Fp. 121 bis 124°C.

Beispiel 31

Herstellung von Oxalsäure-bis-[5-(2-chlor-4-trifluormethylphenoxy)-2-nitrophenyl]-hydrazid (Verbindung Nr. 171)

7,0 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-hydrazino-4'-nitrodiphenyläther, 2,5 ml Triäthylamin und 80 ml Dioxan werden in einen 200 ml Vierhalskolben eingeleitet, tropfenweise unter Rühren mit 1,3 g Oxalsäurechlorid versetzt und 2 h bei Zimmertemperatur umgesetzt. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in Wasser gegeben. Die ausgefallenen Kristalle werden durch Filtration gesammelt und an der Luft getrocknet. Diese Kristalle werden aus einem Lösungsmittelgemisch von Dioxan/Benzol umkristallisiert; man erhält 6,2 g der angestrebten Verbindung, Fp. 266 bis 268°C (Zers.).

Beispiel 32

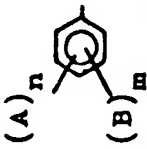


Herstellung von 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-methyl-2-acetylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther (Verbindung Nr. 173)

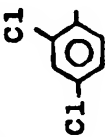
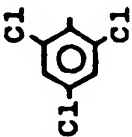
7,8 g 2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-(2-acetylhydrazino)-4'-nitrodiphenyläther, 2,8 g wasserfreies Kaliumcarbonat und 100 ml Äthanol werden in einen 200 ml Vierhalskolben einge-
leitet und erhitzt. Während die entstehende Flüssigkeit am Rückfluß bewegt bzw. gerührt wird, werden 2,9 g Methyljodid zugesetzt und die Umsetzung erfolgt während 4 h. Die entstehende Reaktionsflüssigkeit wird in Wasser gegeben, die ausgefällten Kristalle werden durch Filtration gesammelt und dann aus Methanol umkristallisiert; man erhält 4,9 g der angestrebten Verbindung, Fp. 101,5 bis 102,5°C.

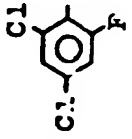
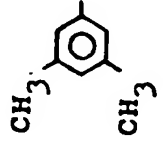
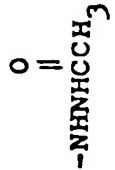
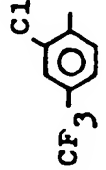

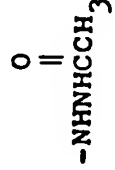
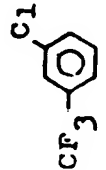
Andere Verbindungen, die unter die obige allgemeine Formel I fallen, können nach einem der oben erwähnten Verfahren synthetisiert werden, und die Einzelheiten des Syntheseverfahrens werden unter der Spalte "Syntheseverfahren Beispiel Nr." in der folgenden Tabelle angegeben.

In der folgenden Tabelle 2 sind beispielhafte erfindungsgemäße Verbindungen, die unter die allgemeine Formel I fallen, und ihre physikalischen Eigenschaften angegeben.

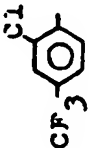
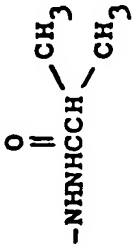
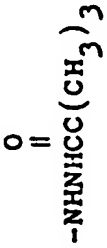
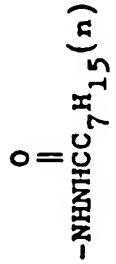

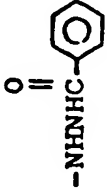
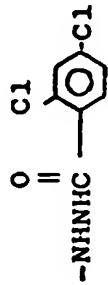
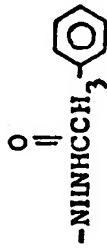
Tabella 2

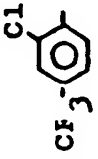
Verb. Nr.	Substituenten in der allgemeinen Formel I		Synthese Beispiel Nr.	Schmelzpunkt (°C) (Infrarot Absorptionsspektrum, cm ⁻¹)
	(A) _n 	R		
1	Cl 	-NHNH ₂	1	95 - 97
2	"		10	151.5 - 153
3	"	-NHN=C(CH ₃) ₂	29	105 - 106
4	"	-NHN=C(CH ₃)C ₉ H ₁₉ (n)	29	3325, 2920, 1615, 1583) (1465, 1340, 1210, 1145
5	"	-NHN=C(CH ₃)CH ₂ CH ₂ COOH	27	153 - 155
6	"	-NHN=C(SCH ₃) ₂	30	111 - 112

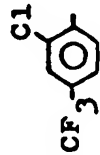
7		-NHNH ₂	2	124 - 125
8	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCCH}_3 \end{array}$	10	162 - 163
9	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHC}_2\text{H}_5 \end{array}$	10	166 - 168
10	"	-NHN=CHOC ₂ H ₅	4	135 - 136
11		-NHNH ₂	1	170 - 171
12	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCCH}_3 \end{array}$	10	218 - 219
13	"	-NIN=C $\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array}$	29	169 - 170
14	"	-NIN=C $\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \text{OC}_2\text{H}_5 \end{array}$	4	119 - 126

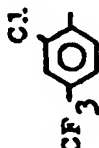


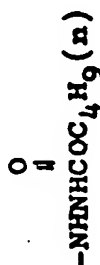
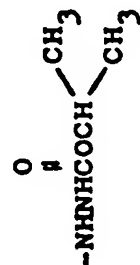


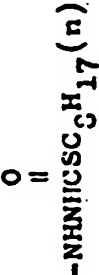
15		-NHNH ₂	1	148.5 - 149.5
16	"	-NHN=CHCH ₃	27	178 - 179
17	"	-NHN=C(CH ₃) ₂	29	146 - 148
18			3	192 - 193
19		-NHNH ₂	1	131.5 - 132
20			3	133 - 135
21		-NHNHC ₄ H ₉ (n)	5	3400, 2980, 1645, 1515 (1340, 1275, 1150, 1095)

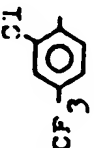
22			5	3360, 2940, 1630, 1500 (1330, 1265, 1130, 1085)
23	"		6	3320, 2960, 1510, 1335 (1275, 1185, 1140, 1093)
24	"		6	133 - 135
25	"		7	99 - 100
26	"		8	70 - 71
27	"		9	176 - 177
28	"		10	153 - 154
29	"		11	148 - 149

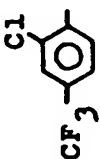

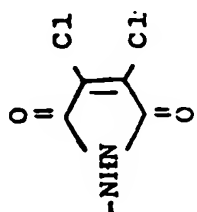
30			11	181 - 183
31	"		11	188 - 190
32	"		11	103 - 105
33	"		10	170 - 171
34	"		11	72 - 73
35	"		11	178 - 179
36	"		11	145 - 146

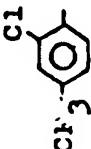
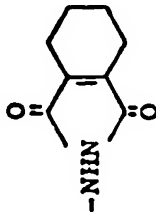
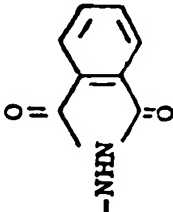
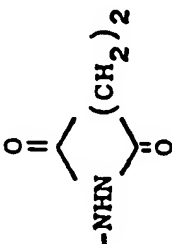
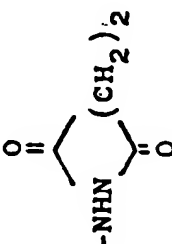
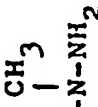
37		$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCCH}_2\text{Cl} \end{array}$	11	188 - 188.5
38	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCCl}_3 \end{array}$	11	173 - 174
39	"	$\begin{array}{c} \text{O Cl} \\ \parallel \mid \\ \text{-NHNHC ClCH}_3 \end{array}$	11	151 - 152
40	"	$\begin{array}{c} \text{O Cl} \\ \parallel \mid \\ \text{-NHNHCCH}_2\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{Cl} \end{array}$	11	164 - 165
41	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCCH=CHCOOH} \end{array}$	12	152 - 153
42	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCCH=CHCOOCH}_3 \end{array}$	12	165 - 166
43	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCCH}_2\text{CH}_2\text{COOCH}_3 \end{array}$	12	123 - 124


44		$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{-NHNHCCH}_2\text{CH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5 \end{array}$	12	117 - 118
45	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{-NHNHCCH}_2\text{CH}_2\text{COOCH(CH}_3\text{)CH}_3 \end{array}$	12	96 - 97
46	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{-NHNHC(CH}_2\text{)}_3\text{COOCH}_3 \end{array}$	12	121 - 123
47	"	$\begin{array}{c} \text{OO} \\ \\ \text{-NHNHCCCC} \end{array}$	11	210 - 212
48	"	$\text{-NHNHSO}_2\text{CH}_3$	13	206 - 207
49	"	$\text{-NHNHSO}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-CH}_3$	13	146 - 147
50	"	$\text{-NHNHSO}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-NO}_2$	13	173 - 174 decomp.
51	"	$\text{-NHNHSO}_2\text{NHCH}_3$	13	182 decomp.

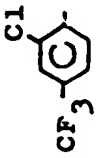
52			14	130 - 131
53	"		14	118 - 119
54	"		14	99 - 101
55	"		14	115 - 116
56	"		14	118 - 110
57	"		14	133 - 134.5
58	"		15	83 - 84

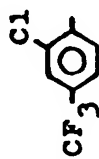
59		$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCNHC-} \end{array}$	16	167 - 168
60	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCNHC-} \end{array}$	16	184 - 185
61	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCNHC-} \end{array}$	16	183.5 - 184.5
62	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCNHC-} \end{array}$	16	195 - 195.5
63	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCNHC-} \end{array}$	16	144 - 145
64	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCNHC-} \end{array}$	16	186.5 - 188
65	"	$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{-NHNHCNHC-} \end{array}$	17	180.5 - 183

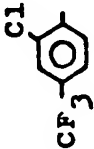
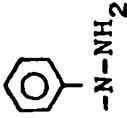
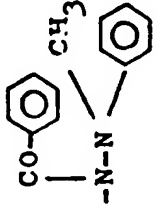
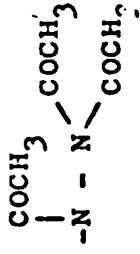
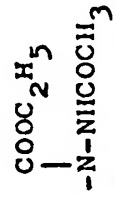
66		$\text{S} \parallel$ -NHNHCNHC CH_3	18	160 - 161.5
67	"	$\text{S} \parallel$ -NHNHCNHC H_5	18	180 - 181
68	"	$\text{S} \parallel$ -NHNHCNHC CH_2 $\diagup \quad \diagdown$ $\text{CH}_3 \quad \text{CH}_3$	18	197 - 198
69	"	$\text{S} \parallel$ -NHNHCNHC CH_2 CH=CH CH_2	18	162 - 163
70	"	$\text{S} \parallel$ -NHNHCNH- 	18	151 - 152
71	"		19	149 - 150

72			19	157 - 159
73	"		20	207 - 208
74	"		19	168 - 171
75	"		19	175 - 176
76	"		21	96 - 97

77		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{-N-NHCH}_3 \end{array}$	6	1605, 1527, 1315, 1265 (1167, 1127, 1080, 980)
78	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{-N-NHCH}_2\text{COOCH}_3 \end{array}$	7	73 - 74
79	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-N-NHCCH}_3 \end{array}$	10	149 - 150
80	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_2 \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-N-NHCC}_2\text{H}_5 \end{array}$	11	168 - 169
81	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-N-NHC-} \langle \text{benzene ring} \rangle \end{array}$	11	160 - 161
82	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-N-NHCCH}_2\text{Cl} \end{array}$	11	134 - 135
83	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-N-NHCCCl}_3 \end{array}$	11	111.5 - 112.5

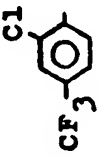

84		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ -\text{N}-\text{NHCCH}_2\text{CH}_2\text{COOCH} \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array}$	12	96 - 97
85	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{N}-\text{NHSO}_2\text{CH}_3 \end{array}$	22	117 - 118
86	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{SO}_2\text{CH}_3 \\ \quad / \quad \backslash \\ -\text{N}-\text{N} \quad \text{SO}_2\text{CH}_3 \end{array}$	22	160 - 161.5
87	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{N}-\text{NHSO}_2\text{NHCH}_3 \end{array}$	23	124 - 126
88	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ -\text{N}-\text{NHCOCCH}_3 \end{array}$	14	72.5 - 73.5
89	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ -\text{N}-\text{NHCOC}_2\text{H}_5 \end{array}$	14	103 - 105
90	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ -\text{N}-\text{NHCSC}_8\text{H}_{17}(\text{n}) \end{array}$	15	65 - 66

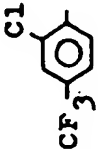
91		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{O} \\ \\ \text{-N-NHCNHCH}_3 \end{array}$	16	179 - 180.5
92	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CONHCH}_3 \\ \\ \text{-N-N-CONHCH}_3 \end{array}$	26	47 - 48
93	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \text{ S} \\ \quad \\ \text{-N-NHCNHC}_2\text{H}_5 \end{array}$	18	2960, 1610, 1587, 1475 (1322, 1263, 1125, 1080)
94	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{-N-NH}_2 \end{array}$	5	87 - 88
95	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \text{ O} \\ \quad \\ \text{-N-NHCCH}_3 \end{array}$	10	124 - 125
96	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \text{ O} \\ \quad \\ \text{-N - NHCC}_2\text{H}_5 \end{array}$	11	165.5 - 167
97	"	$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7(n) \\ \\ \text{-N-NH}_2 \end{array}$	5	3380, 2980, 1612, 1525 (1340, 1275, 1143, 1095)

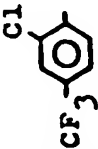

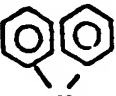



98		$\text{C}_4\text{H}_9(\text{n})$ -N-NH ₂	5	3380, 2980, 1612, 1512 (1340, 1275, 1145, 1095)
99	"	$\text{CH}_2\text{-C}\equiv\text{CH}$ -N-NH ₂	5	3300, 2120, 1595, 1490 (1325, 1270, 1130, 1082)
100	"	 -N-NH ₂	5	3360, 1640, 1610, 1505 (1335, 1270, 1140, 1090)
101	"		11	178 - 179
102	"		24	106 - 107
103	"		25	134 - 135



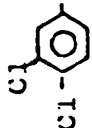
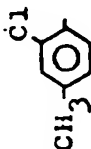
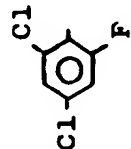

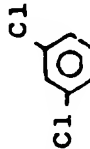
104			26	3300, 1723, 1490, 1323 (1270, 1235, 1130, 1080)
105	"		20	3280, 3000, 1740, 1715 (1595, 1490, 1250, 1090)
106	"		20	167 - 168
107	"		20	83 - 85
108	"		25	92 - 94
109	"		25	3380, 3000, 1812, 1780 (1507, 1340, 1280, 1095)

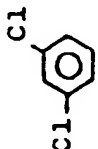
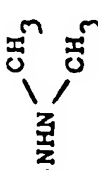



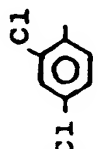
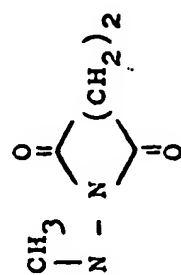
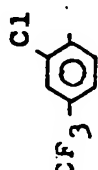
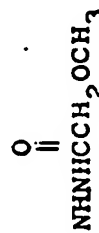
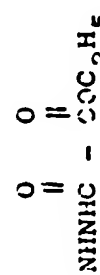
110			25	67 - 68
111	"	-NHN=CHCH_3	27	153.5 - 156.5
112	"	$\text{-NHN=CHCH(CH}_3\text{)CH}_3$	27	113.5 - 114.5
113	"	$\text{-NHN=CHC}_7\text{H}_{15}\text{(n)}$	27	93 - 94
114	"	-NHN=CHCH=CH_2	27	167 - 167.5
115	"	-NHN=CHCH=CHCH_3	27	177.5 - 179
116	"	-NHN=CH-	27	202 - 203
117	"	-NHN=CHCH=CH-	27	190.5 - 197
118	"	-NHN=CHOCCH_3	4	131 - 132

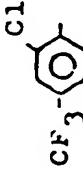
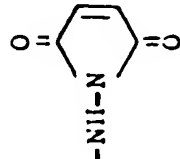
119		$\text{-NHN=CHOC}_2\text{H}_5$	4	119 - 120
120	"	$\text{-NHN=CHCH}_2\text{Cl}$	27	115 - 117.5
121	"	$\text{-NHN=CHCH}_2\text{CHCH}_3$ CH	27	161 - 164
122	"	-NHN=CH- 	27	207 - 208
123	"	-NHN=C-Cl CH ₃	28	108 - 113
124	"	-NHN=C-CH_3 CH ₃	29	134 - 135
125	"	$\text{-NHN=C-C}_2\text{H}_5$ CH ₃	27	85 - 86
126	"	$\text{-NHN=C-C}_9\text{H}_{19}(\text{n})$ CH ₃	27	62.5 - 63


127		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NHN}=\text{CCH}=\text{CH}_2 \end{array}$	27	139 - 140
128	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NHN}=\text{C}-\text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	27	178 - 180
129	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NHN}=\text{C}-\text{OC}_2\text{H}_5 \end{array}$	4	94 - 116
130	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NHN}=\text{CCH}_2\text{Cl} \end{array}$	27	177 - 178
131	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NHN}=\text{C}-\text{CHCl}_2 \end{array}$	27	98 - 99
132	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \text{ OH} \\ \quad \\ -\text{NHN}=\text{C} - \text{CHCH}_3 \end{array}$	27	3420, 3380, 1990, 1640 (1510, 1335, 1270, 1090)
133	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NHN}=\text{CCH}_2\text{CH}_2\text{COOH} \end{array}$	27	171 - 172
134	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NHN}=\text{C}-\text{CH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5 \end{array}$	27	125 - 126

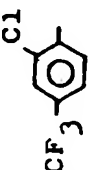
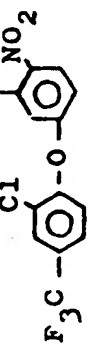
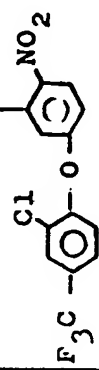
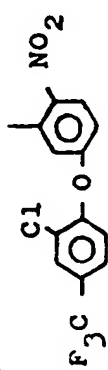
135		$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{-NHN=C-C}_2\text{H}_5 \end{array}$	27	83 - 84.5
136	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{-NHN=C-OC}_2\text{H}_5 \end{array}$	4	87 - 96
137	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{-CN} \\ \\ \text{-NHN=C-} \end{array}$ 	27	119 - 124
138	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{Cl} \\ \\ \text{-NHN=C-CH}_2\text{Cl} \end{array}$	27	77.5 - 79
139	"	$\begin{array}{c} \text{ } \\ \\ \text{-NHN=C-} \end{array}$ 	27	172 - 173
140	"	$\begin{array}{c} \text{SCH}_3 \\ \\ \text{-NHN=C-} \end{array}$ 	30	121 - 124
141	"	$\begin{array}{c} \text{H} \\ \\ \text{-NHN=} \end{array}$ 	27	150 - 151
142	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{-N-N=C-} \end{array}$ 	29	1605, 1515, 1485, 1325 (1267, 1170, 1130, 1080)

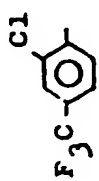
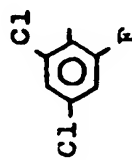
143		$\text{O}=\text{NHNHCCH}_3$	3	153 - 155
144		"	3	115 - 118
145		"	3	179 - 180
146		"	3	106 - 107
147		"	10	192 - 193
148		$\text{O}=\text{NHN=CHOCCH}_3$	4	114 - 115
149		$\text{O}=\text{NHNHCCH}_2\text{OCH}_3$	11	154 - 155

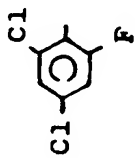
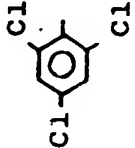
150			6	72.5 - 74.5
151	"		21	111 - 112.5
152	"		10	140 - 142
153	"		11	152.5 - 154.5
154			19	90 - 92
155			11	112 - 114
156	"		11	3330, 1705, 1615, 1485 (1320, 1260, 1125, 1075)

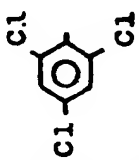
157		$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHHC(CH}_2)_4\text{COCH}_3 \end{array}$	12	127 - 128
158	"		19	147 - 148
159	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHC(CH}_2)_4\text{CO} \end{array}$	19	167 - 168
160	"	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NHHC(CH}_2)_2\text{COOH} \end{array}$	11	169 - 170
161	"	$\begin{array}{c} \text{COCH}_3 \\ \\ \text{-N-NHC(CH}_2)_3\text{COOH} \end{array}$	24	3310, 1675, 1580, 1525 (1320, 1260, 1125, 1080)
162	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \text{ O} \\ \parallel \\ \text{-N-NHC(CH}_2)_3\text{COOH} \end{array}$	11	101 - 103

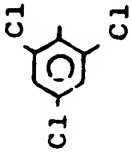


163		$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7(n) \\ \\ \text{-N-NHCOCH}_3 \end{array}$	10	143 - 145
164	"	$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7(n) \\ \\ \text{-N-NHCOC}_2\text{H}_5 \end{array}$	11	132 - 135
165	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-N-NHC(CH}_2)_2\text{COOH} \end{array}$	12	126 - 128
166	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-N-NHC(CH}_2)_2\text{COOCH}_3 \end{array}$	12	92 - 93
167	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-N-NHC(CH}_2)_3\text{COOCH}_3 \end{array}$	12	90 - 91
168	"	$\begin{array}{c} \text{Cl} \\ \\ \text{-NH-N=C-C(CH}_3)_3 \end{array}$	28	101 - 102
169	"	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{-NH-NHC-COCH}_3 \end{array}$	11	1670 (1765)

170		$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{-NH-NHC(CH}_2\text{)}_4\text{CNH-NH} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$ 	31	201 - 202
171	"	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{O} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{-NH-NHC-CNHNH-} \end{array}$ 	31	266 - 268 (decomp.)
172	"	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{O} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{-NH-NHC-CNHNH-} \end{array}$ 	31	233 - 234
173	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{-NH-N-} \end{array}$ $\begin{array}{c} \text{COCH}_3 \end{array}$	32	101.5 - 102.5
174	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{-NH-N-} \end{array}$ $\begin{array}{c} \text{COCH}_3 \end{array}$	32	1670 (3280)

175		$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{N} - \text{C}(=\text{O}) - \text{NHC}(\text{CH}_2)_2\text{COC}_2\text{H}_5 \end{array}$	12	77 - 78
176	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOOC}_2\text{H}_5 \end{array}$	14	90 - 92
177	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \quad \\ -\text{N} - \text{N} - \text{C}(\text{CH}_2)_2\text{COC}_3\text{H}_7(1) \end{array}$	12	(1720)
178		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOCH}_3 \end{array}$	10	160 - 162
179	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{N}-\text{NH}_2 \end{array}$	21	116 - 118
180	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{N}-\text{NH}_2 \end{array}$	21	139 - 140
181	"	$\begin{array}{c} \text{C}_{11}\text{H}_7(\text{n}) \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOCH}_3 \end{array}$	10	160 - 161

182		$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7(n) \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOC}_2\text{H}_5 \end{array}$	11	168 - 169
183	"	$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7(n) \quad \text{O} \\ \quad \quad \parallel \\ -\text{N} - \text{NHC}(\text{CH}_2)_2\text{COC}_3\text{H}_7(1) \end{array}$	12	(1740)
184	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{NHN} \backslash \\ \text{COCH}_3 \end{array}$	32	142.5 - 143.5
185	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOC}_3\text{H}_7 \end{array}$	10	161 - 162
186	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOC}_2\text{H}_5 \end{array}$	11	184.5 - 185.5
187	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{O} \\ \quad \quad \parallel \\ -\text{N} - \text{NHC}(\text{CH}_2)_2\text{COC}_3\text{H}_7(1) \end{array}$	12	$\begin{array}{c} 1680 \\ (1730) \end{array}$
188		$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{N}-\text{NH}_2 \end{array}$	21	154 - 155

189		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{N}-\text{NH}_2 \end{array}$	21	143 - 146
190	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOCH}_3 \end{array}$	10	158 - 160
191	"	$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7(n) \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOCH}_3 \end{array}$	10	185 - 186
192	"	$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7(n) \quad \text{O} \\ \quad \quad \parallel \\ -\text{N} - \text{NHC}(\text{CH}_2)_2\text{COC}_3\text{H}_7(1) \end{array}$	12	(1730)
193	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagup \\ -\text{NHN} \diagdown \\ \text{COCH}_3 \end{array}$	32	153 - 155
194	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \parallel \\ -\text{N}-\text{NHC}(\text{CH}_2)_2\text{COC}_3\text{H}_7(1) \end{array}$	12	120 - 121
195	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{O} \\ \quad \parallel \\ -\text{N} - \text{NHC}(\text{CH}_2)_2\text{COC}_3\text{H}_7(1) \end{array}$	12	¹⁶⁸⁰ (¹⁷³⁰)

196		$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ -\text{N}-\text{NHCOCH}_3 \end{array}$	10	184 - 185
197	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{O} \\ \quad \quad \\ -\text{N} - \text{NHC}(\text{CH}_2)_2\text{COC}_2\text{H}_5 \end{array}$	12	1730
198		$-\text{NHNHCOCH}_3$	10	150 - 151
199	"	$-\text{NHNHCOOC}_2\text{H}_5$	14	99.5 - 100
200	"	$-\text{NHNHCOCH}_2\text{Cl}$	11	171 - 172
201	"	$-\text{N}(\text{N}=\text{C}(\text{CH}_3)_2)_2$	29	120 - 120.5
202	"		19	166 - 167


203		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NNHCOCH}_2- \end{array}$	10	159.5 - 160.5
204	"	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagup \\ -\text{NHN} \\ \diagdown \\ \text{COCH}_3 \end{array}$	32	(3350, 1680)
205	"	$\begin{array}{c} -\text{NHNH}-\text{CO}-\text{CO}-\text{NHNH}- \\ \text{F}_3\text{C}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)- \end{array}$	31	249 decomp.
206	"	$-\text{NHNHCOCH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$	12	173.5 - 174.5
207	"	$-\text{NHNHCOCH}_2\text{CH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5$	12	97 - 98
208	"	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{NNHCOCH}_2\text{CH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5 \end{array}$	12	73 - 74

Tabelle 2 Fortsetzung

Verb. Nr.	Elementaranalyse Werte in % (obere Reihe, gefundener Wert untere Reihe, berechneter Wert)					
	C	H	N	Cl	F	S
1	51.66 51.53	3.78 3.60	14.88 15.02	12.24 12.68	-	-
2	52.26 52.26	3.85 3.76	12.99 13.06	10.96 11.02	-	-
3	56.38 56.34	4.56 4.41	13.08 13.14	11.11 11.09	-	-
4	64.01 63.95	7.13 7.00	9.68 9.73	8.53 8.21	-	-
5	54.21 54.04	4.36 4.27	11.02 11.12	9.57 9.39	-	-
6	46.89 46.93	3.77 3.68	10.85 10.95	9.33 9.24	-	16.58 16.71

7	45.91 45.88	3.02 2.89	13.52 13.38	22.94 22.57	-	-
8	47.55 47.21	3.83 3.11	12.01 11.80	19.52 19.91	-	-
9	48.09 48.67	3.26 3.54	11.19 11.35	19.34 19.16	-	-
10	49.00 48.67	3.66 3.54	11.93 11.35	18.99 19.16	-	-
11	40.98 41.37	2.38 2.31	12.51 12.05	30.53 30.05	-	-
12	43.27 43.05	2.97 2.58	10.77 10.76	27.81 27.23	-	-
13	46.20 46.35	3.09 3.11	11.05 10.81	27.48 27.37	-	-
14	47.34 47.19	3.60 3.73	9.18 9.71	24.90 24.58	-	-

15	43.37 43.39	2.87 2.43	12.47 12.65	21.69 21.35	5.57 5.72	-
16	46.36 46.95	3.26 2.81	11.47 11.73	20.34 19.80	5.19 5.31	-
17	48.21 48.40	3.44 3.25	11.28 11.29	19.11 19.05	5.02 5.11	-
18	60.87 60.85	5.63 5.43	12.97 13.30	-	-	-
19	44.56 44.91	3.04 2.61	11.56 12.08	10.39 10.20	16.11 16.39	-
20	59.33 58.53	4.14 4.56	14.98 14.63	-	-	-
21	50.92 50.56	3.96 4.24	10.25 10.41	8.69 8.78	13.77 14.12	-

22	52.93 53.08	4.25 4.46	10.08 9.78	8.45 8.25	13.55 13.26	-
23	47.56 47.94	3.63 3.48	10.98 11.18	9.23 9.44	15.01 15.17	-
24	55.03 54.86	3.18 3.45	9.31 9.60	8.39 8.10	12.85 13.02	-
25	47.63 47.06	3.14 3.48	9.50 9.68	8.05 8.17	13.04 13.14	-
26	41.32 40.85	3.57 3.63	8.33 8.40	7.33 7.09	11.26 11.40	6.70 6.41
27	44.62 44.75	2.33 2.41	11.21 11.18	9.49 9.44	15.23 15.17	-
28	46.65 46.22	2.89 2.85	10.92 10.78	9.22 9.10	14.39 14.62	-
29	47.98 47.53	3.12 3.24	9.92 10.40	8.51 8.78	14.21 14.12	-

30	48.97 48.88	3.82 3.62	10.07 10.06	8.71 8.49	13.43 13.65	-
31	50.22 50.06	4.06 3.97	9.69 9.73	8.59 8.21	13.52 13.20	-
32	53.21 53.22	4.85 4.89	8.77 8.87	7.73 7.48	11.99 12.03	-
33	49.98 49.11	3.13 3.15	9.24 10.11	8.74 8.53	13.50 13.71	-
34	54.01 53.16	2.61 2.90	8.92 9.30	7.81 7.85	11.77 12.62	-
35	46.35 46.13	2.20 2.13	7.88 8.07	20.47 20.43	10.76 10.95	-
36	54.38 54.14	3.19 3.25	9.05 9.02	7.77 7.61	12.40 12.24	-

37	42.64 42.47	2.34 2.38	9.83 9.91	17.14 16.72	14.03 13.44	-
38	36.94 36.53	1.75 1.64	8.64 8.52	27.66 28.76	11.64 11.56	-
39	44.26 43.85	2.33 2.76	9.32 9.59	16.34 16.18	13.18 13.00	-
40	46.68 47.17	2.59 2.45	7.55 7.86	19.00 19.89	9.98 10.66	-
41	46.60 45.81	2.73 2.49	9.27 9.43	7.82 7.95	12.49 12.79	-
42	47.02 47.02	2.59 2.85	8.78 9.14	7.50 7.71	13.14 12.40	-
43	46.63 46.81	3.24 3.27	10.31 9.10	8.05 7.68	12.57 12.34	-

44	47.90 47.96	3.11 3.60	8.55 8.83	7.54 7.45	12.03 11.98	-
45	48.81 49.04	3.36 3.91	8.17 8.58	7.93 7.24	11.23 11.64	-
46	48.13 47.96	3.17 3.60	8.40 8.83	7.40 7.45	11.81 11.98	-
47	46.28 46.00	2.18 2.65	9.96 10.06	9.26 8.49	13.60 13.64	-
48	40.15 39.49	2.50 2.60	9.56 9.87	8.33 8.33	13.54 13.39	7.57 7.53
49	47.89 47.86	2.91 3.01	8.01 8.37	7.44 7.06	11.30 11.36	6.73 6.39
50	43.35 42.82	2.18 2.27	10.23 10.51	6.56 6.65	10.88 10.69	5.73 6.01
51	38.40 38.14	2.16 2.74	12.41 12.71	8.14 8.04	12.75 12.93	7.54 7.24

52	44.37 44.40	2.51 2.73	10.31 10.36	8.63 8.74	13.83 14.05	-
53	42.72 42.92	2.89 3.12	9.92 10.01	8.36 8.45	13.59 13.58	-
54	48.24 48.50	3.67 3.39	9.23 9.43	8.17 7.95	12.59 12.79	-
55	46.22 47.07	3.43 3.49	9.48 9.69	8.58 8.17	13.33 13.14	-
56	48.26 48.50	3.32 3.39	9.04 9.43	7.98 7.95	12.55 12.79	-
57	51.66 51.35	2.56 2.80	8.86 8.98	7.58 7.58	11.97 12.19	-
58	50.60 50.81	4.92 4.86	8.00 8.08	6.90 6.82	10.80 10.96	6.17 6.17

59	44.59 44.51	2.91 2.99	13.89 13.84	8.70 8.76	14.04 14.08	-
60	45.82 45.89	3.32 3.37	13.27 13.38	8.38 8.47	13.50 13.61	-
61	47.76 47.18	3.50 3.73	12.91 12.95	8.12 8.19	12.97 13.17	-
62	47.33 47.18	3.54 3.73	13.01 12.95	8.76 8.19	13.01 13.17	-
63	50.70 50.58	4.35 4.67	11.65 11.80	7.41 7.47	11.83 12.00	-
64	44.39 44.84	1.83 2.26	10.33 10.46	20.07 19.86	10.48 10.64	-
65	41.16 41.34	2.49 2.48	13.33 13.77	8.62 8.72	13.75 14.01	7.98 7.88

- 75 -

66	45.18 42.81	3.37 2.88	12.93 13.32	8.84 8.43	13.32 13.55	7.36 7.62
67	44.21 44.19	2.68 3.24	12.90 12.88	7.91 8.15	13.05 13.10	7.76 7.37
68	46.79 46.70	4.12 3.92	12.10 12.10	8.27 7.66	12.19 12.31	7.14 6.93
69	47.50 45.69	3.24 3.16	12.59 12.54	8.00 7.94	12.50 12.76	7.07 7.18
70	49.68 49.13	4.05 4.12	11.73 11.46	7.68 7.25	11.39 11.66	6.92 6.56
71	41.28 41.11	1.51 1.42	8.46 8.46	20.67 21.40	12.56 11.47	-

72	51.88 52.13	2.55 3.54	8.68 8.68	7.82 7.33	11.58 11.78	-
73	54.45 54.38	2.78 2.82	9.14 9.06	8.34 7.64	11.39 12.29	-
74	47.40 47.51	2.56 2.58	9.88 9.78	8.28 8.25	13.05 13.26	-
75	49.08 48.72	2.89 2.95	3.44 9.47	8.46 7.99	12.95 12.84	-
76	46.49 46.48	3.00 3.06	10.79 11.62	9.26 9.80	15.28 15.76	-

77	48.06 47.94	3.57 3.49	11.10 11.17	10.15 9.44	15.00 15.17	-
78	47.24 47.07	3.38 3.49	9.18 9.69	8.37 8.17	13.01 13.14	-
79	47.54 47.59	3.08 3.24	10.37 10.40	8.82 8.78	13.99 14.12	-
80	49.12 48.87	3.45 3.63	10.18 10.06	8.61 8.48	13.74 13.64	-
81	53.93 54.14	3.24 3.25	8.57 9.02	7.36 7.61	12.00 12.24	-
82	43.78 43.85	2.55 2.77	9.62 9.59	16.45 16.18	12.87 13.01	-
83	36.91 37.89	1.72 1.99	8.05 8.83	27.51 27.96	11.21 11.24	-

84	49.93 50.06	5.00 4.20	8.74 8.34	7.52 7.04	10.97 11.31	-
85	40.41 40.96	2.93 2.99	9.00 9.56	8.98 8.06	12.84 12.96	7.62 7.29
86	36.88 37.10	2.52 2.93	8.06 8.12	6.64 6.84	10.55 11.01	11.81 12.38
87	38.71 39.61	2.81 3.11	11.92 12.32	7.37 7.79	12.38 12.53	7.01 7.05
88	46.63 45.78	2.93 3.13	10.02 10.01	8.66 8.45	13.34 13.58	-
89	46.91 47.07	3.19 3.49	9.61 9.69	8.54 8.17	13.35 13.14	-
90	51.74 51.72	5.21 5.11	8.37 7.87	6.68 6.64	10.37 10.67	6.16 6.00

91	45.39 45.88	3.11 3.38	13.03 13.38	8.61 8.46	12.78 13.61	-
92	45.90 45.43	3.49 3.61	14.59 14.72	6.99 7.45	11.59 11.98	-
93	45.56 45.48	3.47 3.60	11.92 12.48	8.08 7.90	13.02 12.70	7.52 7.14
94	48.14 47.94	3.23 3.49	11.15 11.19	9.41 9.44	15.00 15.17	-
95	49.04 48.87	3.59 3.62	9.95 10.06	9.07 8.49	13.78 13.65	-
96	50.70 50.06	4.04 3.97	9.61 9.74	8.28 7.98	13.01 13.20	-
97	48.58 49.30	3.59 3.88	10.04 10.78	10.24 9.10	14.47 14.63	-

98	50.92 50.56	3.86 4.24	10.25 10.41	8.69 8.78	13.97 14.12	-
99	50.03 49.81	2.78 2.87	10.54 10.90	9.48 9.19	14.57 14.78	-
100	53.87 53.84	3.04 3.09	10.12 9.92	8.39 8.67	13.62 13.45	-
101	60.29 59.00	3.09 3.37	7.06 7.37	6.24 6.22	9.86 10.00	-
102	48.51 48.07	3.07 3.18	8.24 8.85	6.86 7.48	11.56 12.00	-
103	46.91 46.81	3.47 3.27	9.54 9.09	8.49 7.68	12.18 12.34	-

104	46.80 46.91	3.38 3.50	12.05 12.16	7.07 7.69	12.18 12.37	-
105	43.72 43.14	3.06 2.86	7.50 7.94	20.21 20.12	10.46 10.78	-
106	58.18 58.33	2.48 3.08	7.49 7.56	6.69 6.38	10.13 10.25	-
107	46.11 46.74	2.22 1.88	6.19 6.05	25.52 25.55	7.95 8.21	-
108	44.22 44.03	2.85 2.82	9.09 9.06	8.06 7.65	11.99 12.29	-
109	45.72 46.39	2.89 3.48	8.04 8.54	7.15 7.21	10.92 11.59	-

110	55.23 55.16	3.07 2.92	6.20 7.15	5.51 6.03	9.41 9.70	-
111	48.05 48.20	2.73 2.97	11.31 11.24	10.01 9.49	14.98 15.25	-
112	50.78 50.82	3.75 3.76	10.32 10.46	9.25 8.83	14.30 14.19	-
113	54.99 55.08	4.97 5.06	9.34 9.18	8.20 7.74	12.60 12.45	-
114	49.83 49.82	2.80 2.88	10.76 10.89	9.47 9.19	14.97 14.78	-
115	50.97 51.07	3.12 3.28	10.30 10.51	9.01 8.87	14.41 14.26	-
116	55.20 55.12	3.13 3.01	9.54 9.64	8.96 8.14	12.99 13.08	-
117	43.31 44.14	2.08 2.47	10.27 10.29	17.22 17.37	13.69 13.97	-
118	45.42 46.23	2.58 2.85	10.47 10.78	9.37 9.10	14.40 14.63	-

119	47.94 47.60	3.15 3.24	10.39 10.41	8.87 8.78	13.94 14.12	-
120	43.31 44.14	2.08 2.47	10.27 10.29	17.22 17.37	13.69 13.97	-
121	48.56 48.87	3.13 3.62	10.49 10.06	9.13 8.49	13.39 13.64	-
122	57.15 57.21	3.01 3.27	9.26 9.10	8.07 7.68	12.53 12.34	-
123	44.30 44.13	2.27 2.47	9.94 10.29	18.30 17.37	13.77 13.96	-
124	49.23 49.56	3.26 3.38	10.77 10.84	9.50 9.14	14.00 14.70	-
125	51.29 50.82	3.73 3.76	10.58 10.46	8.92 8.83	13.88 14.19	-
126	57.24 57.65	5.83 5.85	8.26 8.40	7.09 7.09	11.21 11.40	-

127	51.41 51.07	3.14 3.28	10.36 10.51	8.37 8.87	14.01 14.26	-
128	56.44 56.07	3.20 3.36	9.83 9.34	7.88 7.88	12.79 12.67	-
129	49.07 48.87	3.41 3.62	10.14 10.00	8.78 8.49	13.40 13.64	-
130	45.69 45.51	2.79 2.87	9.88 9.95	16.86 16.80	13.27 13.50	-
131	42.16 42.08	2.10 2.43	9.18 9.20	23.01 23.29	12.63 12.48	-
132	49.36 48.99	3.68 3.38	10.09 10.08	8.36 8.51	13.43 13.68	-
133	48.55 48.49	3.51 3.39	9.27 9.43	8.01 7.95	12.68 12.79	-
134	49.50 49.63	3.40 3.73	9.14 9.14	7.34 7.71	12.68 12.40	-

135	51.95 51.99	4.02 4.12	10.01 10.11	8.84 8.53	13.99 13.71	-
136	50.26 50.07	3.76 3.97	9.66 9.73	8.45 8.21	12.99 13.20	-
137	55.79 55.64	3.26 2.97	11.79 11.80	7.82 7.46	11.88 12.00	-
138	42.58 42.08	2.39 2.43	9.17 9.20	23.37 23.29	12.22 12.48	-
139	60.58 61.00	3.35 3.35	7.94 8.21	7.01 6.93	11.00 11.14	-
140	41.80 42.52	2.50 2.46	8.94 9.30	8.64 7.84	12.55 12.61	13.28 14.19
141	53.34 53.34	4.09 4.01	9.75 9.82	8.85 8.29	13.51 13.32	-
142	50.38 50.81	3.52 3.77	10.23 10.46	9.06 8.86	14.00 14.19	-

143	52.67 52.26	3.75 3.76	12.50 13.06	11.32 11.02	-	-
144	59.51 59.79	4.75 5.02	13.69 13.95	-	-	-
145	47.65 47.21	3.10 3.11	11.54 11.80	19.57 19.91	-	-
146	54.24 53.65	3.84 4.20	11.57 12.51	10.73 10.56	-	-
147	44.98 44.94	2.68 2.69	10.87 11.23	19.29 18.95	5.00 5.08	-
148	52.69 52.26	3.37 3.76	12.94 13.06	11.29 11.02	-	-
149	47.06 46.65	3.34 3.39	11.20 10.88	18.63 18.36	-	-

150	49.28 49.13	3.96 3.82	12.04 12.28	19.98 20.72	-	-
151	47.43 47.57	3.06 3.38	12.15 12.81	21.30 21.61	-	-
152	48.57 48.66	3.42 3.54	10.83 11.35	19.48 19.15	-	-
153	50.24 50.01	3.84 3.94	10.36 10.94	18.62 18.45	-	-
154	49.24 49.77	3.51 3.20	10.34 10.25	17.92 17.29	-	-
155	46.21 45.78	3.08 3.12	9.73 10.01	9.31 8.45	13.39 13.58	-
156	50.08 50.82	3.72 3.26	7.21 6.97	8.54 8.83	14.77 14.19	-

157	48.82 49.04	3.26 3.91	7.64 8.58	7.55 7.24	11.70 11.64	-
158	48.51 47.73	2.63 2.16	8.94 9.82	8.12 8.29	13.24 13.33	-
159	50.62 49.84	3.59 3.30	9.49 9.18	8.34 7.75	12.69 12.45	-
160	45.83 45.60	2.30 2.93	9.36 9.38	7.45 7.92	12.74 12.73	-
161	47.01 47.29	3.21 3.03	10.02 9.73	8.31 8.21	13.51 13.20	-
162	47.34 47.96	3.51 3.60	8.56 8.83	7.71 7.45	11.70 11.98	-

163	50.19 50.06	3.91 3.97	9.63 9.74	8.34 8.21	12.99 13.20	-	
164	51.62 51.18	4.37 4.30	9.44 9.43	8.00 7.95	12.57 12.79	-	
165	47.02 46.81	3.31 3.27	9.08 9.10	7.82 7.68	11.98 12.34	-	
166	47.91 47.96	3.66 3.60	8.72 8.83	7.44 7.45	11.78 11.98	-	
167	49.13 49.04	3.92 3.91	8.42 8.58	7.33 7.24	11.50 11.64	-	
168	47.99 48.01	3.93 3.58	9.25 9.33	16.36 15.75	12.85 12.66	-	
169	44.14 44.30	2.42 2.55	9.96 9.68	7.70 8.17	13.29 13.14	-	

170	48.16 48.71	3.24 2.95	9.96 9.47	7.74 7.99	12.93 12.84	-
171	44.39 44.87	2.41 2.15	11.65 11.21	9.18 9.46	15.55 15.21	-
172	44.69 44.95	2.47 2.24	11.22 11.65	9.36 9.83	16.03 15.80	-
173	47.59 47.32	3.30 3.01	10.41 10.36	8.78 9.48	14.12 14.11	-
174	48.87 48.52	3.63 3.66	10.06 10.11	8.48 8.72	13.64 13.57	-

175	50.34 50.06	3.98 4.20	8.43 8.34	7.22 7.04	11.06 11.31	-
176	48.78 48.27	3.73 3.83	9.46 9.38	8.19 7.92	12.56 12.73	-
177	51.23 51.01	4.12 4.47	8.50 8.11	6.81 6.84	11.19 11.00	-
178	46.77 46.40	3.45 3.11	10.38 10.82	17.98 18.26	4.67 4.89	-
179	45.56 45.10	2.62 2.91	12.44 12.13	20.31 20.48	5.08 5.49	-
180	46.93 46.68	3.03 3.36	11.74 11.67	19.95 19.69	5.06 5.27	-
181	49.06 49.05	3.76 3.88	10.09 10.10	17.29 17.04	4.59 4.57	-

182	50.56 50.24	3.97 4.22	9.84 9.77	16.35 16.48	4.36 4.42	-
183	51.39 51.17	4.37 4.69	7.79 8.14	13.53 13.73	3.58 3.68	-
184	47.52 47.77	3.40 3.51	10.60 10.45	18.01 17.63	4.70 4.72	-
185	48.28 47.78	3.01 3.50	10.66 10.45	17.76 17.63	4.72 4.72	-
186	49.61 49.05	3.44 3.87	10.27 10.09	17.07 17.03	4.51 4.56	-
187	50.00 50.21	4.38 4.41	7.96 8.36	13.87 14.11	3.47 3.78	-
188	44.17 44.64	3.03 3.21	10.77 11.17	28.60 28.24	-	-

189	43.25 43.06	2.99 2.78	11.55 11.60	29.52 29.33	-	-
190	44.35 44.52	2.75 2.99	10.30 10.39	26.02 26.29	-	-
191	47.26 47.18	3.63 3.73	9.91 9.71	23.95 24.58	-	-
192	49.41 49.59	4.72 4.54	7.83 7.89	19.97 19.96	-	-
193	45.98 45.90	3.20 3.37	10.11 10.04	25.77 25.41	-	-
194	47.99 47.59	4.14 3.99	8.45 8.33	21.26 21.07	-	-
195	49.42 48.61	4.27 4.26	7.72 8.10	19.59 20.50	-	-

196	45.62 45.90	2.81 3.37	9.82 10.03	25.61 25.40	-	-
197	48.48 47.59	3.70 3.99	7.49 8.32	20.19 21.07	-	-
198	51.03 50.70	3.72 3.40	11.56 11.82	-	16.16 16.04	-
199	50.14 49.87	3.58 3.66	11.08 10.91	-	14.35 14.79	-
200	45.89 46.22	3.17 2.84	10.42 10.78	9.51 9.09	14.54 14.62	-
201	54.26 54.39	4.23 3.99	11.35 11.89	-	16.01 16.13	-
202	52.21 51.65	3.30 3.06	10.02 10.63	-	13.94 14.42	-

203	51.78 52.03	4.15 3.82	11.38 11.38	-	15.11 15.43	-
204	54.07 53.26	4.16 4.21	11.20 10.96	-	15.17 14.87	-
205	50.25 49.42	3.12 2.66	11.89 12.35	-	16.12 16.75	-
206	51.38 51.39	3.87 3.55	10.61 10.57	-	14.29 14.35	-
207	51.39 51.70	4.12 4.11	9.45 9.52	-	13.10 12.91	-
208	52.12 52.75	4.59 4.43	9.04 9.23	-	12.43 12.52	-

Wenn die erfindungsgemäßen Verbindungen als Herbizide verwendet werden, beträgt die Menge an Mittel, die verwendet wird, 2 bis 50 g, bevorzugt 5 bis 20 g, pro Ar für ein Reisfeld (paddy field) und 5 bis 50 g, bevorzugt 5 bis 20 g, für trockene Felder mit Nutzpflanzen, obgleich die Menge durch den Boden in bestimmtem Ausmaß im Fall der Bodenbehandlung vor dem Auftreten der Unkräuter beeinflusst wird. Als Behandlungsverfahren können eine Einarbeitung in den Boden vor dem Pflanzen, die Behandlung des Bodens, die Behandlung des mit Wasser gefüllten Bodens, die Behandlung von Stengeln und Blättern wie auch des Bodens usw. durchgeführt werden. Das Behandlungsverfahren ist jedoch nicht auf diese Behandlungen beschränkt.

Bei der praktischen Verwendung der erfindungsgemäßen Verbindungen können sie in Form solcher Zubereitungen, wie als Staub bzw. Pulver, Granulat, benetzbare Pulver, Emulsion usw., verwendet werden, jedoch ist die Verwendung nicht auf diese Zubereitungen beschränkt.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen können direkt oder indirekt auf die zu kontrollierenden Pflanzen als herbizide Zusammensetzung, die üblicherweise verwendete Träger enthält, oder als Komponente in Rezepturen verwendet werden.

Die im allgemeinen verwendeten Träger bedeuten Substanzen, die zum Auflösen, Dispergieren oder Diffundieren herbizider Verbindungen verwendet werden, ohne daß ihre Wirksamkeit verschlechtert wird, und die selbst keine schädliche Wirkung auf den Boden, die Umgebung, die verwendeten Vorrichtungen und die Nutzpflanzen ausüben. Beispielsweise können Mineralien, wie Bentonit, Ton, Montmorillonit usw., natürliche Substanzen, wie Cellulose, Sägemehlstaub, Stärke usw., Harze, wie Polyvinylchlorid usw., und organische Lösungsmittel, wie Benzol, Aceton, Alkohole, Ester, z.B. Äthylacetat, verwendet werden.

Als oberflächenaktive Mittel, die für die Emulgierung, Dispersion usw. verwendet werden können, kann man irgendwelche nichtionische, anionische, kationische und amphotere oberflächenaktive Mittel einsetzen. Als Beispiele können Polyäthylenglykol, Sorbitanölsäuremonoester, Natriumdodecylbenzolsulfonat, Lauryltrimethylammoniumchlorid, Stearyldimethylbetain usw. erwähnt werden.

Der Gehalt an Verbindungen, die durch die obige allgemeine Formel I dargestellt werden, in den erfindungsgemäßen Herbiziden beträgt bevorzugt 2 bis 10% für Granulat, 40 bis 80% für benetzbare Pulver, 10 bis 50% für Emulsionen und 1 bis 5% für Pulver bzw. Stäube.

Die Zubereitungsbeispiele bzw. Beispiele für Rezepturen für die erfindungsgemäßen Verbindungen werden im folgenden aufgeführt. Dies stellt jedoch keine Beschränkung dar.

In den Rezepturbeispielen werden die aktiven Verbindungen der allgemeinen Formel I durch die Nummer der Verbindung in Tabelle 2 ausgeführt und "Teile" bedeutet "Gewichtsteile".

Rezepturbeispiel 1

6 Teile Verbindung Nr. 78, 70 Teile Bentonit, 21 Teile Talkum, 2 Teile Natriumdodecylbenzolsulfonat und 1 Teil Natriumlinninsulfonat werden vermischt und eine geeignete Menge an Wasser wird zugesetzt. Nach dem Verkneten erfolgt die Granulierung in an sich bekannter Weise mit einem Extrudiergranulator; man erhält 100 Teile Granulat.

Rezepturbeispiel 2

50 Teile Verbindung Nr. 28, 40 Teile Diatomeenerde und 10 Teile Natriumdodecylbenzolsulfonat werden vermischt und vermahlen; man erhält 100 Teile eines benetzbaren Pulvers.

Rezepturbeispiel 3

10 Teile Verbindung Nr. 75, 10 Teile Solpol 800A (ein Emulgiermittel, hergestellt von Toho Kagaku Co., Japan) und 80 Teile Benzol werden zusammen vermischt; man erhält 100 Teile einer Emulsion.

Rezepturbeispiel 4

60 Teile Verbindung Nr. 44, 30 Teile Talkum, 7 Teile Natriumlaurylphosphat und 3 Teile Natriumalkylnaphthalinsulfonat werden zusammen vermischt; man erhält 100 Teile eines benetzbaren Pulvers.

Rezepturbeispiel 5

5 Teile Verbindung Nr. 79, 73 Teile Bentonit, 20 Teile Talkum, 1 Teil Polyoxyäthylenglykol-monolaurat und 1 Teil Natriumnaphthalinsulfonat werden miteinander vermischt und mit einer geeigneten Menge an Wasser versetzt. Nach dem Verkneten erfolgt die Granulierung in an sich bekannter Weise mittels eines Extrudiergranulators: man erhält 100 Teile Granulat.

Rezepturbeispiel 6

3 Teile Verbindung Nr. 121 und 97 Teile Ton werden in der Mühle vermischt; man erhält 100 Teile eines Staubs oder Pulvers.

Werden die erfindungsgemäßen Verbindungen als Herbizide verwendet, ist es natürlich möglich, sie im Gemisch mit einem oder mehreren anderen Herbiziden, Pestiziden, wie Insektiziden, Germiziden, Pflanzenwachstumsregulatoren usw., Bodenkonditionierungsmitteln oder Düngemitteln zu verwenden, und es ist weiterhin möglich, sie in Rezepturen zusammen mit den obigen Materialien zuzubereiten. Man kann in einigen Fällen auch eine synergistische Wirkung erwarten.

Beispiele von Herbiziden, die gleichzeitig mit den erfindungsgemäßen Herbiziden verwendet werden können, sind die folgenden Verbindungen; dies soll jedoch keine Beschränkung sein.

Auxin-Herbizide

2,4-Dichlorphenoxyessigsäure (einschließlich ihrer Ester und Salze),

2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure (einschließlich ihrer Ester und Salze),

4-(2,4-Dichlorphenoxy)-buttersäure (einschließlich ihrer Ester und Salze),

3-Amino-2,5-dichlorbenzoesäure;

4-Chlor-2-oxobenzothiazolin-3-yl-essigsäure;

Triazin-Herbizide

3-Chlor-4,6-bis-(äthylamino)-1,3,5-triazin,

2,4-Bis-(äthylamino)-6-methylthio-1,3,5-triazin,

2-Chlor-4-äthylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazin,

2-Äthylamino-4-isopropylamino-6-methylthio-1,3,5-triazin,

2-Chlor-4-diäthylamino-6-äthylamino-1,3,5-triazin;

Harnstoff-Herbizide

3-(3,4-Dichlorphenyl)-1,1-diäthylharnstoff,

3-(3,4-Dichlorphenyl)-1-methoxy-1-methylharnstoff,

1,1-Dimethyl-3-(3-trifluormethylphenyl)-harnstoff,

1-(2-Methylcyclohexyl)-3-phenylharnstoff,

3-(4-Chlorphenyl)-1-methoxy-1-methylharnstoff,

3-[4-(4-Chlorphenoxy)-phenyl]-1,1-dimethylharnstoff,

3-[4-(4-Methoxyphenoxy)-phenyl]-1,1-dimethylharnstoff;

Säureanilid-Herbizide

3',4'-Dichlorpropionanilid,

2-Methyl-4-chlorphenoxyaceto-O-chloranilid,

α -Chlor-N-isopropylacetanilid,

5-Chlor-4-methyl-2-propionanilido-1,3-thiazol,
2-Chlor-(2',6'-dinitroanilino)-N-methyl-propionamid,
2-Chlor-2',6'-diäthyl-N-(butoxymethyl)-acetanilid,
2-Chlor-2',6'-diäthyl-N-(propoxyäthyl)-acetanilid,
2-Chlor-N-isopropylacetanilid;

Hydroxybenzonitril-Herbizide

4-Hydroxy-3,5-dijodbenzonitril,
3,5-Dibrom-4-hydroxybenzonitril,
4-Hydroxy-3,5-dijodbenzonitril-octanoat,

Uracil-Herbizide

3-tert.-Butyl-5-chlor-6-methyluracil,
5-Brom-3-sek.-butyl-6-methyluracil,
3-Cyclohexyl-5,6-trimethylenuracil,

Diphenyläther-Herbizide

2,4-Dichlor-4'-nitrodiphenyläther,
2,4,6-Trichlor-4'-nitrodiphenyläther,
2,4-Dichlor-3'-methoxy-4'-nitrodiphenyläther,
2-Nitro-4-trifluormethyl-4'-nitrodiphenyläther,
2-Chlor-4-trifluormethyl-4'-nitrodiphenyläther,
2-Chlor-4-trifluormethyl-3'-methoxycarbonyl-4'-
nitrodiphenyläther,
Methyl(⁺)-2-[4-(2,4-dichlorphenoxy)-phenoxy]-propio-
nat.

Carbaminsäure-Herbizide

Isopropyl-N-phenylcarbammat,
Isopropyl-N-(3-chlorphenyl)-carbammat,
Methyl-N-(3,4-dichlorphenyl)-carbammat,
S-Äthyl dipropylthiocarbamat,
S-p-Chlorbenzyl diäthylthiocarbamat,
Methyl-N-(4-aminobenzolsulfonyl)-carbammat,
Äthyl-N,N-di-n-propylthiocarbamat,

4-Chlorbenzyl-N,N-diäthylthiocarbamat,
Äthyl-N,N-hexamethylenthioarbamat;

Anilin-Herbizide

2,6-Dinitro-N,N-dipropyl-4-trifluormethylanilin,
N-Butyl-N-äthyl-2,6-dinitro-4-trifluormethylanilin,
3,4-Dimethyl-2,6-dinitro-N-1-äthylpropylanilin;

Pyridiniumsalz-Herbizide

1,1'-Dimethyl-4,4'-bis-pyridiniumdichlorid,
9,10-Dihydroxy-8a,10a-diazoniaphenanthron-dibromid;

Andere Herbizide

N,N-Bis-(phosphonomethyl)-glycin,
 α,α,α -Trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropyl-p-toluidin,
S-(2-Methyl-1-piperidylcarbonylmethyl)-o,o-di-
propylphosphorodithioat,
4-Amino-6-tert.-butyl-3-methylthio-1,2,4-triazin-
5-on,
o-Äthyl-o-(2-nitro-5-methylphenyl)-N-sek.-butyl-
phosphorcarbamidothioat,
N-(o,o-Dipropyldithiophosphorylacetyl)-2-methyl-
piperidin,
2,4-Diamino-5-methylthio-6-chlorpyrimidin.

Die herbizide Aktivität der erfindungsgemäßen Verbindungen
wird in den Testbeispielen näher erläutert.

Testbeispiel 1

Test für die Kontrolle von Unkräutern auf trockenen Feldern
mit Nutzpflanzen entsprechend der Bodenbehandlung vor der
Keimung.

Ein luftgetrockneter Boden des trockenen Feldes [der durch
ein Sieb mit einer lichten Maschenweite von 14 Mesh (1,41 mm)

hindurchgeht] (10 kg) wird in einen aus Harz (a/1000) hergestellten Topf gegeben und ein Düngemittel (N, P_2O_5 und K_2O , jeweils 1 g) wird auf die gesamte Bodenschicht angewendet. Danach wird der Wassergehalt des Bodens auf 60% maximale Wasseraufnahmekapazität eingestellt. Der Boden wird mit einer bestimmten Menge an Samen einer zu prüfenden Nutzpflanze oder an Unkräutern gesät und dann wird mit Boden bedeckt. Eine Flüssigkeit, die man durch Verdünnen einer gegebenen Menge an Emulsion, hergestellt aus einer zu prüfenden Verbindung, entsprechend Rezepturbeispiel 3, mit Wasser in einer Menge entsprechend 10 l/Ar erhält, wird auf den Boden mit einem Sprüngerät mit geringem Druck aufgesprüht.

Der Topf wird in ein Gewächshaus gestellt und die Wasserzufuhr erfolgt so, daß die Pflanze wächst. 30 Tage nach dem Versprühen des Mittels wird das Auftreten oder die Wachstumsbedingungen der Unkräuter und der Nutzpflanzen geprüft, wobei man die in Tabelle 3 aufgeführten Ergebnisse erhält. In dieser Tabelle ist die Phytotoxizität auf die Nutzpflanzen und die herbizide Wirkung auf die Unkräuter angegeben. Sie werden entsprechend den Standardbewertungsverfahren ausgedrückt, die im folgenden erläutert werden, im Vergleich mit dem Auftreten oder dem Wachstumszustand von Unkräutern oder Nutzpflanzen mit dem luftgetrockneten Gewicht an Unkräutern oder Nutzpflanzen in dem nichtbehandelten Teil.

Die zu prüfenden Verbindungen werden durch die Nummer der Verbindung von Tabelle 2 angegeben (dies betrifft die im folgenden erläuterten Testbeispiele). Unter den geprüften Verbindungen der Tabelle 3 können die Verbindungen Nr. 11, 13, 15, 16, 24, 177, 186 und 191 die folgenden Unkräuter in der Menge an verwendetem Mittel von 10 g/a vollständig kontrollieren, und andere konnten sie in einer Menge von 5 g/a kontrollieren:

Fuchsschwanz (Foxtail), Blaugrass (Bluegrass), Fuchsschwanzgras (Foxtailgrass), Johnsongras, Bermudagrass, Ackerquecke (Quackgrass), Wasserpfeffer (Smartweed), Grieswurz (Velvetleaf), Winde, Herzblattkletten (Hertleaf cocklebur), Rumex japonicus, Wilder Senf (Wild mustard), Hirtentäschel (Shepherdspurse), usw..

Bewertungsstandard:

0: Prozentgehalt des Vorkommens der Unkräuter oder der Nutzpflanzen, angegeben durch das Gewichtsverhältnis im lufttrockenen Zustand, relativ zu den Unkräutern oder den Nutzpflanzen im nichtbehandelten Teil			76 - 100%
1:	"	"	51 - 75%
2:	"	"	36 - 50%
3:	"	"	11 - 35%
4:	"	"	6 - 10%
5:	"	"	0 - 5%

Für die Unkräuter bzw. Nutzpflanzen werden die folgenden Abkürzungen in den Tabellen 3 und 4 gewählt:

CG - Fingergras (Crabgrass)
 BG - Scheunenhofgras (Barnyardgrass)
 RP - Fuchsschwanz (Redroot pigweed)
 LQ - Weißer Gänsefuß (Lambsquarters)
 SB - Sojabohne
 BW - Baumwolle.

Tabelle 3

Gepr. Ver- bind. Nr.	Menge an verwendet. Wirkstoff (g/a)	Unkräuter				Nutzpflanzen	
		CG	BG	RP	LQ	SB	BW
8	5	5	5	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
11	5	5	4	4	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
13	5	5	5	4	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
15	5	5	4	4	4	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
16	5	5	5	4	4	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
19	5	5	5	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
20	5	5	5	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
22	5	5	5	4	4	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
23	5	5	5	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
24	5	4	4	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
27	5	5	5	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
28	5	5	5	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
29	5	5	5	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0
30	5	5	5	5	5	0	0
	10	5	5	5	5	0	0

030021/0752

32	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
36	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
37	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
39	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
42	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
43	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
44	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
45	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
47	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
51	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
52	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
53	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
54	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
55	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
56	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
57	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0

71	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
72	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
73	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
74	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
75	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
76	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
77	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
78	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
79	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
84	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
87	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
94	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
95	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
108	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
109	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
110	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0

118	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
119	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
120	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
121	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
124	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
125	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
129	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
131	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
134	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
135	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
143	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
144	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
145	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
146	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
148	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
149	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0

150	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
155	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
156	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
157	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
158	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
159	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
160	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
161	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
165	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
166	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
167	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
168	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
169	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
170	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
171	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
172	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0

177	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
183	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
186	5 10	5 5	5 5	5 5	4 5	0 0	0 0
189	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
191	5 10	5 5	5 5	4 5	4 5	0 0	0 0
193	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
196	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
198	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
199	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
200	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
202	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
205	5 10	5 5	5 5	5 5	4 5	0 0	0 0
Handels- produkt NIP(1)	20	5	4	4	4	0	0
	40	5	5	5	5	0	0
Unbehandelter Teil	Zahl d. Pflanzen. Luftgetr. Gew.d. Pflanz.(g)	43	38	28	19	5	5
		2.8	4.1	2.4	2.8	10.3	6.4

(1) Wirkstoff: 2,4-Dichlor-4'-nitrodiphenyläther

030021/0752

Testbeispiel 2

Herbizider Test für die Behandlung von Stämmen, Stengeln oder Halmen und Blättern von Nutzpflanzen, insbesondere auf trockenen Feldern.

Ein luftgetrockneter Boden aus einem trockenen Feld [der durch ein 14 Mesh-Sieb (lichte Maschenweite 1,19 mm) hindurchgeht] (450 g) wird in einen aus Harz (1/10 000) hergestellten Topf gegeben. Ein Düngemittel (N, P_2O_5 und K_2O , jeweils 100 mg) wird auf die gesamte Bodenschicht angewandt. Danach wird der Wassergehalt des Bodens auf 60% der maximalen Wasseraufnahmekapazität eingestellt. Der Boden wird mit einer bestimmten Menge an Samen einer zu prüfenden Pflanze besät und einheitlich mit Boden bedeckt. Der Topf wird in ein glasgedecktes Gewächshaus gestellt, und beim Wachsen der Pflanzen erfolgt im zwei- bis dreiblättrigen Zustand die Behandlung der Stiele und der Blätter, indem ein benetzbares Zerstäubungspulver, das gemäß dem obigen Rezepturbeispiel 4 hergestellt wurde, angewendet wurde, so daß das zu prüfende Mittel in einer Menge von 1000, 2000 oder 5000 ppm, ausgedrückt als Wirkstoff, vorhanden war. 30 Tage nach der Behandlung wird der Wachstumszustand der zu prüfenden Pflanze geprüft, wobei man die in Tabelle 4 aufgeführten Ergebnisse erhält. In dieser Tabelle sind die angegebenen Sektionen der Wachstumsbedingungen der Nutzpflanzen und der Unkräuter die gleichen wie in Tabelle 3.

Unter den in Tabelle 4 aufgeführten Verbindungen kontrollieren die Verbindungen Nr. 5, 9, 26, 61, 62, 63, 70, 175, 179, 186, 190 und 197 die folgenden Unkräuter vollständig in einer Menge des verwendeten Mittels von 5 g/a, und andere Verbindungen kontrollieren sie völlig in einer Menge an verwendetem Mittel von 2 g/a: Fuchsschwanz (Foxtail), Blaugras, Fuchsschwanzgras, Johnsongras, Bermudagrass, Ackerquecke, Wasserpfeffer, Grießwurz, Winde, herzblättrige Klette, Rumex japonicus, Wilder Senf, Hirtentäschel usw.

Tabelle 4

Gepr. Verb. Nr.	Verwendete Wirkstoff- menge(g/a)	Unkräuter				Nutzpflan- zen	
		CG	EG	RP	LQ	BB	BB
5	2	5	5	4	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
9	2	5	5	4	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
12	2	5	5	5	4	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
15	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
17	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
18	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
23	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
26	2	5	5	4	4	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
27	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
31	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
44	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
45	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
59	2	5	5	4	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
61	2	5	5	4	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0

62	2 5	5 5	5 5	4 5	5 5	0 0	0 0
63	2 5	5 5	5 5	4 5	5 5	0 0	0 0
64	2 5	5 5	5 5	4 5	5 5	0 0	0 0
66	2 5	5 5	5 5	5 5	4 5	0 0	0 0
67	2 5	5 5	5 5	5 5	4 5	0 0	0 0
69	2 5	5 5	5 5	5 5	4 5	0 0	0 0
70	2 5	5 5	5 5	5 5	4 5	0 0	0 0
71	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
73	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
74	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
76	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
77	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
84	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
94	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
95	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
97	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0

98	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
99	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
100	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
101	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
118	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
119	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
123	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
132	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
133	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
137	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
140	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
142	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
169	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
173	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
174	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
175	2	5	5	4	4	0	0
	5	5	5	5	5	0	0

176	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
179	2 5	5 5	4 5	4 5	4 5	0 0	0 0
182	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
185	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
186	2 5	5 5	4 5	5 5	5 5	0 0	0 0
187	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
188	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
190	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
192	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
194	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
195	2 5	5 5	4 5	5 5	5 5	0 0	0 0
197	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
201	2 5	5 5	5 5	5 5	4 5	0 0	0 0
202	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0
206	2 5	5 5	5 5	5 5	4 5	0 0	0 0
207	2 5	5 5	5 5	5 5	5 5	0 0	0 0

208	2	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
Handels- prod.NIP	10	4	4	4	4	2	2
	20	5	5	5	5	3	3
Unbeh. Teil	Zahl d. Pflanz.	10	10	10	10	5	5
	Luftge- trochn. Gew.d. Pflanze (g)	22,5	31,8	30,9	29,3	3,3	7,1

Testbeispiel 3

Herbizider Test für die Anfangszeit auf einem Reisfeld (1). Ein Boden aus einem Reisfeld (paddy field soil), in dem Samen von allgemeinen Unkräutern des Reisfeldes natürlich im Gemisch vorhanden sind [der durch ein Sieb von 14 Mesh (1,414 mm) hindurchgeht] (3,3 kg), wird in einen Wagner-Topf (a/5000) gegeben und ein Düngemittel ($\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_5$ und K_2O , jeweils 0,8 g) wird auf die gesamte Bodenschicht angewendet. Danach wird eine geeignete Wassermenge zugegeben und dann wird gerührt, wobei ein wassergefüllter Zustand erreicht wird. Der Boden wird mit Samen von Unkräutern eines Reisfeldes und Knollen von *Sagittaria trifolia* und *Eleocharis kuroguwai* angesetzt, und zwei Stocks, die je zwei junge Wasserreispflanzen (Blattalter der jungen Pflanze: 3,0) enthalten, die zuvor gezüchtet wurden, werden in den Boden eingepflanzt und dann wird der Topf in ein Gewächshaus gestellt.

Zu Beginn des Auftretens der Unkräuter 2 Tage nach dem Einpflanzen der Wasserreispflanzen erfolgt die Behandlung bei wassergefülltem Zustand, wozu ein Granulat verwendet wird, das aus einer bestimmten Menge der zu prüfenden Verbindungen hergestellt wurde, wobei das obige Rezepturbeispiel 5 verwendet wird.

Einen Monat nach der Behandlung werden der Zustand der Unkräuter und das Ausmaß der Phytotoxizität bei den Wasserreis-

pflanzen geprüft, wobei man die in Tabelle 5 aufgeführten Ergebnisse erhält. In dieser Tabelle wird das Auftreten von Unkräutern mit 6 Punkten wie bei Testbeispiel 1 bewertet und das Ausmaß der Phytotoxizität gegenüber den Wasserreis-pflanzen wird in 6 Stufen bewertet als "ernster Schaden", "großer Schaden", "mittlerer Schaden", "kleiner Schaden", "geringer Schaden" und "kein Schaden". Während der Versuchszeit wird das wassergefüllte Niveau des Topfes bei 3 cm gehalten, und zwar mit einer Wassereinlaugbehandlung von 1 cm/Tag.

Von den geprüften Verbindungen gemäß Tabelle 5 kontrollieren die Verbindungen 1, 2, 4, 6, 48, 93, 103, 191 und 192 in einer Menge von 15 g/a Eleocharis kuroguwai und Sagittaria trifolia, und andere Verbindungen kontrollieren sie in einer Menge von verwendetem Mittel von 7 g/a.

Bewertungsstandard der Phytotoxizität:

ernster Schaden: % des Vorhandenseins von Nutzpflanzen, angegeben durch das Gewichtsverhältnis in luftgetrocknetem Zustand, bezogen auf die Nutzpflanzen im unbehandelten Teil				0 - 10%
großer	"	"	"	11 - 20%
mittlerer	"	"	"	21 - 50%
kleiner	"	"	"	51 - 80%
geringer	"	"	"	81 - 95%
kein	"	"	"	96 - 100%.

In den folgenden Tabellen 5 und 6 werden die folgenden Abkürzungen gewählt:

- BG - Scheunenhofgras
- KRP - kleinblumige Regenschirmpflanze (Small-flower umbrella-plant)
- SJ - Scirpus juncoides
- NWP - Wasserpflanze mit schmalen Blättern (Narrow-leaf water plantain)
- ABL - einjähriges, breitblättriges Unkraut (Annual broad leaf)
- AR - Wasserreis (Aquatic rice).

Geprüf- bind. Nr.	Menge an te Ver- Wirkstoff (g/a)	Unkräuter					Nutz- nfl. An
		EG	KRP	SJ	NWP	ABL	
1	5	4	5	5	5	5	nein
	10	5	5	5	5	5	"
2	5	4	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
3	5	4	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
4	5	4	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
6	5	4	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
8	5	5	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
18	5	5	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
23	5	5	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
28	5	5	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
34	5	5	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
35	5	4	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
44	5	5	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"
48	5	4	5	5	5	5	"
	10	5	5	5	5	5	"

49	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	nein "
50	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
51	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
58	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
65	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
76	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
77	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
78	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
79	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
80	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
81	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
82	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
83	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
84	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
85	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
86	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "

88	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	nein "
89	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
90	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
91	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
92	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
93	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
94	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
95	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
96	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
97	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
98	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
99	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
100	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
101	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
102	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
103	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
104	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "

105	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	nein "
106	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
107	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
109	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
123	5 10	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
134	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
142	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
147	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
151	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
152	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
153	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
154	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
162	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
163	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
164	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
165	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "

166	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	nein "
173	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
174	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
175	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
176	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
177	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
178	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
179	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
180	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
181	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
182	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
183	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
184	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
186	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
187	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
188	5 10	5 5	4 5	5 5	4 5	4 5	" "

2944783

189	5 10	5 5	4 5	4 5	4 5	5 5	nein "
190	5 10	5 5	4 5	4 5	5 5	5 5	" "
191	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
192	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
193	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
194	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
195	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
196	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
197	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
201	5 10	5 5	5 5	4 5	5 5	5 5	" "
203	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
204	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
207	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
208	5 10	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "

Handels- produkt X52 (+)	20 40	5 5	5 5	4 5	4 5	5 5	nein gering
unbehand. Teil	Zahl d.Pflanzen. Luftgetr. Gew.d.Pflanzen (g)	114 9,1	38 0,12	43 1,81	62 0,23	76 0,14	4 21,1

(+) Wirkstoff: 2,4-Dichlor-3'-methoxy-4'-nitrodiphenyläther

Testbeispiel 4

Herbizider Test für die Anfangszeit auf einem Reisfeld (2).

Ein Reisfeldeboden, in dem Samen allgemeiner Unkräuter eines Reisfeldes natürlich im Gemisch vorhanden sind (der durch ein Sieb von 14 Mesh bzw. mit einer lichten Maschenweite von 1,41 mm hindurchgeht) (3,3 kg), wird in eine Wagner-Schale (a/5000) gegeben und ein Düngemittel (N, P₂O₅ und K₂O, jeweils 0,8 g) wird auf die gesamte Bodenschicht angewandt. Dann wird Wasser zugegeben und unter Bildung eines wassergefüllten Zustands gerührt. Der Boden wird jeweils mit Samen von Unkräutern des Reisfeldes und Knollen von Sagittaria trifolia und Eleocharis kuroguwai angesät, und zwei Stocks, die je zwei junge Wasserreispflanzen (Blattalter der jungen Pflanzen: 3,0) enthalten und die im voraus gezüchtet wurden, werden eingepflanzt und im Gewächshaus gezüchtet.

Zu der Anfangszeit des Auftretens der Unkräuter 7 Tage nach dem Pflanzen von Wasserreis erfolgt die Behandlung bei in wassergefüllten Zustand, wobei ein Granulat verwendet wird, das aus einer bestimmten Menge der zu prüfenden Verbindungen, entsprechend dem obigen Rezepturbeispiel 1, hergestellt worden ist.

Einen Monat nach der Behandlung wird das Auftreten von Unkräutern und das Ausmaß der Phytotoxizität auf die Wasserreispflanzen untersucht, wobei man die in Tabelle 6 aufgeführten

Ergebnisse erhält. In dieser Tabelle wird der Zustand bzw. das Auftreten der Unkräuter in 6 Stufen, wie bei Testbeispiel 1 angegeben, und die Phytotoxizität wird in 6 Werten von "ernster Schaden", "großer Schaden", mittlerer Schaden", "kleiner Schaden", "geringer Schaden" und "kein Schaden" angegeben, wobei die Bewertungen auf gleiche Weise wie bei Testbeispiel 3 erfolgen.

Während der Versuchszeit wird das Wasserfüllniveau des Topfes bei 3 cm mit einer Wasserzugabebehandlung von 1 cm/Tag gehalten.

Von den in Tabelle 6 aufgeführten, geprüften Verbindungen kontrollieren die Verbindungen Nr. 10, 33, 68, 112, 126, 127, 128, 132, 165, 174, 176, 186, 187, 195 und 197 *Sagittaria trifolia* und *Eleocharis kuroguwai* in einer angewendeten Wirkstoffmenge von 20 g/a und andere Verbindungen kontrollieren sie in einer Menge von 15 g an verwendetem Mittel/a.

Tabelle 6

Gepr. Verb. Nr.	Menge an verwend. Wirkstoff g/a	Unkräuter					Nutz- pfl.
		BG	KRP	SJ	NWP	ABL	
10	7	4	5	5	5	5	nein
	15	5	5	5	5	5	"
14	7	4	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
20	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
33	7	4	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
40	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
41	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
42	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
43	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
45	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
46	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
68	7	4	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
74	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"
75	7	5	5	5	5	5	"
	15	5	5	5	5	5	"

76	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	nein "
77	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
83	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
87	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
97	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
100	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
111	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
112	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
113	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
114	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
115	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
116	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
117	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
120	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
122	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
126	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "

127	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	nein "
128	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
129	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
130	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
131	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
132	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
135	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
138	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
139	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
141	7 15	4 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
142	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
143	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
165	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
166	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
174	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
176	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "

180	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	nein "
184	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
185	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
186	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
187	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
188	7 15	5 5	5 5	4 5	5 5	5 5	" "
189	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
192	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
193	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
195	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
197	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
203	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
204	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
206	7 15	5 5	5 5	4 5	5 5	5 5	" "
207	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "
208	7 15	5 5	5 5	5 5	5 5	5 5	" "

Handels- prod. Attack Weed(+)	40 60	4 5	4 5	2 3	4 4	4 5	gering nein
Unbehandelter Teil	Zahl d. Pflanzen. Luftgetr. Gew.d. Pflanzen (g)	93 49,1	28 0,11	38 0,29	75 0,38	45 0,21	4 59,2

(+) Wirkstoff: 3-Methyl-4-nitrodiphenyläther.